

**Deutscher Verlag**  **für Schweißtechnik**

**Dr.-Ing. Manfred Rasche**

**Qualitätsbestimmende  
Einflußgrößen bei  
Kunststoff-Metall-  
Klebverbindungen**

# **Schweißtechnische Forschungsberichte Band 5**

D 83

© Deutscher Verlag für Schweißtechnik (DVS) GmbH · Düsseldorf 1986

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe (Photokopie, Mikrokopie), der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und das der Übersetzung, vorbehalten.

Als Manuskript gedruckt. Printed in Germany.

ISBN 3 87155 864 8

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Fachgebiet Fügetechnik/-Schweißtechnik der Technischen Universität Berlin. Der Leiter des Fachgebietes, Prof. Dr.-Ing. Lutz Dorn war auch Bericht der Arbeit.

Mein Dank gilt jedoch zunächst und vor allem meiner Mutter, die mich auf diesen Weg gebracht hat, meiner Frau, für die meine Promotion in vielerlei Hinsicht Mehrarbeit und Belastung war.

Mein Dank gilt weiter Prof. Dr. rer. nat. Georg Hinrichsen, TU Berlin, und Dr.-Ing. Walter Brockmann, IFAM Bremen, für die Übernahme der Berichte sowie Prof. Dr. rer. nat. Helmut Käufer, TU Berlin, der mich am Anfang meiner Tätigkeit unterstützt hat.

Für die vielen fachlichen Diskussionen bin ich allen Kollegen, besonders den Herren Gerhard Breuel und Reinhard Bischoff zu Dank verpflichtet. Dank auch allen anderen Mitarbeitern des Fachgebietes, besonders dem Werkstoffprüfer, Herrn Wagner, und den Studenten, die im Rahmen von Studien- und Diplomarbeiten zu dieser Arbeit beigetragen haben, besonders zu erwähnen ist hier Herr S. Straka.

Den Herren Neubauer und Gernert von der Zentraleinrichtung Elektronenmikroskopie der TU Berlin sei für die durchgeführten Arbeiten gedankt.

Die Arbeit wurde durch die Firmen HOECHST (Frankfurt), CIBA GEIGY (Wehr in Baden), HENKEL (Düsseldorf), ISAR-RAKOLL (München), Goldschmidt (Essen), THYSSEN (Duisburg) und Technics Plasma (Kirchheim/München) unterstützt, wofür ich mich bedanke.

Ein Teil der dargestellten Untersuchungen ist im Rahmen des vom Bundesforschungsministerium geförderten Forschungsvorhaben Fertigungssystem Kleben durchgeführt worden. Für die Unterstützung bedanke ich mich.

## **Qualitätsbestimmende Einflußgrößen bei Kunststoff-Metall-Klebverbindungen**

	Seite
Formelzeichen und Abkürzungen	5
<b>1 Einleitung</b>	<b>6</b>
<b>2 Aufgabenstellung und Abgrenzung</b>	<b>9</b>
<b>3 Stand der Klebtechnik</b>	<b>10</b>
3.1 Metallkleben	13
3.2 Kunststoffkleben	13
3.3 Kunststoff-Metall-Klebverbindungen	18
3.3.1 Einflußfaktoren auf das Tragverhalten von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen	19
3.3.1.1 Einflüsse der Fügepartner	19
3.3.1.2 Einflüsse durch den Klebprozeß	20
3.3.1.3 Einflüsse durch die Betriebsbedingungen	23
<b>4 Versuchsaufbau und Durchführung</b>	<b>23</b>
4.1 Versuchswerkstoffe	23
4.1.1 Metalle	23
4.1.2 Kunststoffe	25
4.1.3 Klebstoffe	30
4.2 Klebvorgang	34
4.3 Prüfung	36
4.3.1 Zugscherversuch	37
4.3.2 Keiltest	39
4.4 Auswertung	42
4.4.1 Klebfestigkeit	42
4.4.2 Bruchflächenanalyse	43
4.4.3 Materialausnutzungsfaktor	45

	Seite
<b>5 Versagensmechanismen bei Kunststoff-Metall-Klebverbindungen</b>	<b>47</b>
5.1 Brucharten von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen	48
5.1.1 Adhäsionsbruch	49
5.1.2 Kohäsionsbruch	50
5.1.3 Fügeteilbruch	51
5.1.4 Mischbrüche	52
5.2 Beanspruchung von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen	
beim Zugscherversuch	58
5.2.1 Fügeteilbiegung	68
5.2.2 Kerbwirkung	72
5.2.3 Verformungsbehinderung des Kunststoffteiles	81
5.3 Diskussion	95
 <b>6 Werkstoff- und Geometrieinfluß auf Klebfestigkeit und Bruchverhalten</b>	 <b>100</b>
6.1 Fügeteilwerkstoffe	100
6.1.1 Kunststoff	100
6.1.2 Metall	108
6.2 Fügeteilgeometrie	109
6.2.1 Überlappungslänge	109
6.2.2 Fügeteildicke	113
6.2.2.1 Einfluß der Dicke des Kunststoffteiles	113
6.2.2.2 Einfluß der Dicke des Metallteiles	115
6.3 Klebstoff	116
6.3.1 Klebschichtdicke	116
6.3.2 Verformungsverhalten des Klebstoffes	118
6.3.3 Abbinde temperatur des Klebstoffes	119
6.4 Diskussion des Werkstoff- und Geometrieinflusses	122

	Seite
<b>7 Einfluß der Klebflächenvorbehandlung auf Klebfestigkeit und Bruchverhalten</b>	<b>125</b>
7.1 Metalloberfläche	128
7.2 Kunststoffoberfläche	130
7.2.1 Benetzungswinkel und Klebfestigkeit	131
7.2.2 Mechanische Vorbehandlung	136
7.2.3 Beizen	137
7.2.3.1 Einfluß verschiedener Beizverfahren auf die Klebfestigkeit von Polyoximethylen (POM)	140
7.2.3.1.1 Satinierverfahren	140
7.2.3.1.2 Chromschwefelsäure	146
7.2.3.1.3 Phosphorsäure	154
7.2.3.1.4 Salzsäure	157
7.2.3.2 Einfluß des Beizens von Polyethylen (PE) auf die Klebfestigkeit	157
7.2.3.3 Einfluß des Beizens von Polystyrol (PS) auf die Klebfestigkeit	160
7.2.4 Vorbehandeln im Niederdruckplasma	161
7.2.4.1 Aufbau der Niederdruckplasmaanlage	162
7.2.4.2 Ablauf der Niederdruckplasmabehandlung	163
7.2.4.3 Wirkungsmechanismen	164
7.2.4.4 Einfluß von Behandlungszeit und Gasart	165
7.2.4.4.1 Plasmabehandlung von Polyoximethylen (POM)	168
7.2.4.4.2 Plasmabehandlung von Polypropylen (PP)	171
7.2.4.4.3 Plasmabehandlung von Polyethylen (PE)	173
7.2.4.4.4 Plasmabehandlung von Polystyrol (PS)	178
7.2.4.4.5 Plasmabehandlung von Polycarbonat (PC)	179

	Seite
7.2.4.5 Einfluß der Plasmaleistung	181
7.2.4.6 Einfluß von Kammerdruck und Gas- durchsatz	181
7.2.4.7 Einfluß der Position in der Plasmakammer	182
7.2.4.8 Weitere Einflußfaktoren	183
7.2.5 Liegezeiteinfluß einer Vorbehandlung	184
7.2.6 Einfluß der Spaltgängigkeit	186
7.2.7 Diskussion der Vorbehandlungsverfahren	187
<b>8 Prüfungen zur Alterungsbeständigkeit von Kunststoff- Metall-Kleerverbindungen</b>	<b>195</b>
8.1 Keiltest	196
8.2 Freibewitterung	209
8.3 Diskussion der Alterungsversuche	228
<b>9 Zusammenfassung</b>	<b>234</b>
<b>Literaturangaben</b>	<b>237</b>

### Formelzeichen und Abkürzungen

a	= Fügeteildicke mm
ABS	= Acrylnitril-Butadien-Styrol
b	= Fügeteilbreite mm
d	= Klebschichtdicke mm
E	= Elastizitätsmodul N/mm <sup>2</sup>
EP	= Epoxyharz
f	= Durchbiegung mm
F	= Kraft N
F <sub>b</sub>	= Bruchkraft N
I	= Flächenträgheitsmoment mm <sup>4</sup>
l	= Länge mm
l <sub>ü</sub>	= Überlappungslänge mm
M <sub>A</sub>	= Materialausnutzungsfaktor
PA	= Polyamid
PB	= Polybutan-1
PC	= Polycarbonat
PC GV	= Polycarbonat, glasfaserverstärkt
PE	= Polyethylen
POM	= Polyoximethylen
POM GV	= Polyoximethylen, glasfaserverstärkt
PP	= Polypropylen
PS	= Polystyrol
PTFE	= Polytetrafluorethylen
PUR	= Polyurethan
PVC	= Polyvinylchlorid
T <sub>b</sub>	= Badtemperatur °C
t <sub>b</sub>	= Behandlungszeit s
α <sub>k</sub>	= Formzahl
ρ	= Kerbradius mm
σ	= Normalspannung N/mm <sup>2</sup>
τ	= Klebfestigkeit N/mm <sup>2</sup>



## 1. EINLEITUNG

Das Kleben ist ein stoffschlüssiges Fügeverfahren und steht somit in Konkurrenz zum Löten und Schweißen. Während bei den letztgenannten Verfahren jedoch - von wenigen Ausnahmen abgesehen, z.B. dem Kunststoffschiweißen - nur metallische Werkstoffe gefügt werden können, ist es beim Kleben möglich, die unterschiedlichsten Werkstoffe miteinander zu verbinden. Das liegt an den anders gearteten Bindungsmechanismen. Beim Schweißen und Löten beruht die Haftung der Fügeteile überwiegend auf metallischen Bindungen. Die Verbindung beim Kleben wird durch Adhäsionsmechanismen hergestellt. Da diese prinzipiell an den Oberflächen aller Festkörper wirksam sind, können grundsätzlich alle Werkstoffe durch Kleben miteinander verbunden werden. Das gilt nicht nur für das Verbinden gleicher Werkstoffe miteinander, sondern auch für das Verbinden verschiedener Werkstoffe untereinander.

Damit tritt das Kleben in Konkurrenz zu kraft- und formschlüssigen Verbindungen, wie Schraub- oder Nietverbindungen, Clinchen und Schrumpfen; Verfahren, die bisher immer dann eingesetzt werden mußten, wenn die Verbindungen durch Schweißen oder Löten nicht hergestellt werden konnten.

Die Klebverbindung ist im Gegensatz zu vielen anderen Verbindungen ohne zusätzlichen Aufwand weitgehend gas- und flüssigkeitsdicht. Gleichzeitig ist bei der Klebverbindung ein in vielen Fällen besseres Tragverhalten bei mechanischer Belastung vorhanden, da die Kräfte flächiger und nicht punkt- oder linienförmig übertragen werden. Dies führt zu erhöhter statischer und dynamischer Tragfähigkeit dieser Verbindungen bzw. zu verringertem Materialeinsatz.

Neben den technologischen Vorteilen gegenüber den anderen Fügeverfahren weist das Kleben in vielen Fällen auch wirtschaftliche Vorteile auf. Das gilt besonders dann, wenn keine aufwendigen

gen Vorbehandlungen der Oberfläche notwendig sind /1.1/ oder wenn großflächige Verbindungen hergestellt werden müssen.

Die Vorteile des Klebens lassen einen großen Anwendungsbereich dieser Fügetechnologie erwarten. Die Klebtechnologie führt jedoch zu einer begrenzten physikalischen und chemischen Belastbarkeit der Verbindungen, was den Einsatzbereich der Klebtechnik einschränkt.

Wenn jedoch diese 'begrenzte' Belastbarkeit der Klebverbindung in Rechnung gestellt wird, so ist das Kleben ein sehr universell einsetzbares Fügeverfahren. Die technischen Werkstoffe Metall, Kunststoff und Keramik sowie Holz, Leder, Textilien usw. lassen sich sowohl miteinander, als auch untereinander verbinden. Dadurch ist es möglich, in Bauteilen die einzelnen Komponenten den unterschiedlichen Anforderungen optimal anzupassen.

Von besonderem Interesse dürften Klebverbindungen von Kunststoffen mit Metallen sein. Menges prognostiziert einen langfristigen jährlichen Zuwachs bei Kunststoffen von 3% bis 5% /1.2/. Durch diese Entwicklung dürften häufig Verbindungen von Kunststoffen mit Metallen notwendig werden, womit sich für die Klebtechnik vielfältige Anwendungsmöglichkeiten ergeben. Wenn die jetzt noch vorhandenen Probleme beim Kleben zufriedenstellend gelöst sind, dürften sich für viele technische Probleme durch Kunststoff-Metall-Klebverbindungen neue Lösungsmöglichkeiten ergeben.

Dem Einsatz des Klebens steht jedoch in vielen Fällen entgegen, daß die Möglichkeiten und Grenzen dieses Fügeverfahrens noch weitgehend unbekannt sind. Daher wird das Kleben auch als ein noch nicht ausgereiftes Verfahren bezeichnet /1.3/.

Wenn also die großen Vorteile des Verbindens unterschiedlicher Werkstoffe durch das Kleben genutzt werden sollen, so müssen auch die Grenzen dieser Technologie erforscht werden. Dabei

dürften sich gleichzeitig neue Anwendungsmöglichkeiten der Klebtechnik aufzeigen.

Auf den ersten Blick erscheint das Kleben unterschiedlicher Werkstoffe miteinander kein großes Problem zu sein. Wenn die Werkstoffe A und B jeweils mit sich selbst geklebt werden können, sollten auch A und B untereinander durch Kleben zu verbinden sein. Wird nur von den Adhäsionseigenschaften der Werkstoffe ausgegangen, so ist das richtig. Bei einer physikalischen und chemischen Belastung von Klebverbindungen sind jedoch noch weiterhin Eigenschaften der Fügeteile zu berücksichtigen. So hat z.B. bei der zügigen Belastung von Klebverbindungen das unterschiedliche Verformungsverhalten der Fügepartner einen beträchtlichen Einfluß auf die Festigkeit der Verbindungen.

Klebverbindungen aus unterschiedlichen Werkstoffen sind demnach Systeme mit eigenen Gesetzmäßigkeiten, die es zu ermitteln gilt. Hierzu sollen in dieser Arbeit zunächst analytisch alle Einflußgrößen auf die Klebverbindung erfaßt werden. Danach werden die Einflußfaktoren näher betrachtet, um sie qualitativ und zum Teil quantitativ zu bestimmen.

Bei den Untersuchungen stellte sich heraus, daß Kunststoff-Metall-Klebverbindungen von sehr vielen Faktoren beeinflusst werden. Es war daher nur möglich, den Einfluß einiger ausgewählter Parameter schwerpunktmäßig zu untersuchen. In anderen Fällen konnten nur Phänomene aufgezeigt werden, ohne daß deren Ursachen exakt zu beschreiben waren. Die Auswahl der näher untersuchten Parameter erfolgte so, daß die Haupteinflußgrößen auf das Tragverhalten der im Zugscherversuch geprüften einschnittig überlappenden Klebverbindung untersucht wurden.

## 2. Aufgabenstellung und Abgrenzung

Das Ziel der Arbeit ist die Ermittlung der Möglichkeiten und Grenzen des Klebens von Kunststoffen mit Metallen, soweit es mit an die Norm angelehnten Prüfkörpern möglich ist.

Da Klebverbindungen - und hier besonders Verbindungen von unterschiedlichen Werkstoffen miteinander - von einer großen Zahl von Faktoren beeinflusst werden, ist eine Eingrenzung des zu betrachtenden Gebietes im Rahmen der vorliegenden Dissertation notwendig:

- Gegenstand der Untersuchungen ist die sogenannte "konstruktive" Klebung. Dies ist eine Klebverbindung, die eine so hohe mechanische Belastung ertragen kann, daß sie im Kraftfluß eines Bauteils eingesetzt werden kann. Derartigen Verbindungen von Konstruktionselementen kommt eine hohe technische Bedeutung zu.
- Die Betrachtungen sollen sich weiterhin auf den Bereich des Maschinenbaues und diesem verwandter Gebiete beschränken.
- Derzeit werden sehr viele unterschiedliche Metalle und Kunststoffe im konstruktiven Bereich des Maschinenbaues und seiner verwandten Gebiete eingesetzt, die nicht alle untersucht werden können. Es werden daher alle Untersuchungen zur Abklärung der Einflußgrößen auf das Tragverhalten mit einer Kunststoff-Metall-Paarung durchgeführt, für die nur ein Klebstoff verwendet wird. Hierbei handelt es sich um Polyoximethylen-Stahl-Klebverbindungen mit dem Epoxidharz Araldit AW 106. Um die Aussagekraft der mit diesen Fügepartnern gewonnenen Erkenntnisse zu erhöhen, wurden zusätzliche Versuche mit anderen Metallen, Kunststoffen und Klebstoffen durchgeführt.

Bei den Untersuchungen sollen die ingenieurmäßigen Aspekte, insbesondere die Tragfähigkeit von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen im Vordergrund stehen. Gleichzeitig soll jedoch auch ein Beitrag zur Klärung von Fragen zu den Haftungsmechanismen geleistet werden.

### 3. STAND DER KLEBTECHNIK

Das Kleben ist das älteste stoffschlüssige Fügeverfahren. Seine Leistungsfähigkeit war jedoch bis zur Einführung der synthetischen Klebstoffe im Vergleich zum Löten und Schweißen sehr beschränkt, so daß es im konstruktiven Bereich nicht eingesetzt werden konnte. Das gilt nicht für das Kleben von Holz. Hier wurde schon früh auch in konstruktiven Bereichen geklebt. So erwähnt schon Homer die Verwendung von Leim beim Bau von Schiffen, Wagen und Türen /3.1/. Der (Holz-)Schachtelmacher hat in einer Darstellung des 17. Jahrhunderts einen Leimtopf auf seinem Arbeitstisch stehen /3.38/. Erste Hochleistungsklebungen sind im Luftschiffbau um 1900 im Bereich der hölzernen Skelette der Luftschiffe gefertigt worden /3.2/. Das Kleben von Holz hat heute einen hohen Stand erreicht. Tragende Konstruktionen aus geleimten Hölzern, z.B. für große Sporthallen, werden vielfach eingesetzt. Die Ausführung des Klebvorganges ist ähnlich wie in der Schweißtechnik genormt /3.3/. Es gilt, daß nur Fachpersonal in zugelassenen Betrieben tragende Bauteile herstellen darf und daß die verwendeten Leime die Prüfung nach DIN 68 141 /3.4/ bestanden haben müssen. Damit ist die Holzklebertechnik, aus ingenieurmäßiger Sicht, von allen Klebstoffanwendungen am weitesten entwickelt. Dies liegt offensichtlich an der langen Tradition des Holzklebens, die möglich war, weil schon seit geraumer Zeit geeignete Holzklebstoffe zur Verfügung standen.

In dem Bereich der Anwendungen, der in dieser Arbeit betrachtet wird, ist die Klebertechnik noch nicht so weit entwickelt. Dies dürfte unter anderem daran liegen, daß geeignete Klebstoffe für die verwendeten Werkstoffe erst seit einer relativ kurzen Zeit zur Verfügung stehen und daß einer der Fugeteilwerkstoffe, der Kunststoff, in konstruktiven Bereichen noch nicht lange eingesetzt wird.

Für den Bereich des konstruktiven Klebens von Kunststoffen und Metallen gibt es nur wenige technische Regeln. Neben zwölf DIN-

Normen zum Metallkleben sind noch vier Luftfahrtnormen zum Metallkleben, je eine VDI-Richtlinie zum Metall- und Kunststoffkleben, sowie vier DVS-Richtlinien zum Kunststoffkleben vorhanden /3.5/. Diese im Vergleich zu anderen Fügeverfahren geringe Zahl an technischen Regeln läßt einen technologischen Rückstand und große Lücken vor allem beim Kunststoffkleben erkennen. So gibt es z.B. kein genormtes Prüfverfahren für die Klebfestigkeit von Kunststoffen.

Auch die Ausbildung von Fachkräften ist nicht befriedigend, da entsprechende Ausbildungsmöglichkeiten nicht vorhanden sind, sondern derzeit erst geplant werden /3.6/. In einigen anderen Ländern ist man auf diesem Gebiet schon weiter fortgeschritten. So werden z.B. in der DDR bereits seit mehreren Jahren Klebfachleute ausgebildet /3.7/.

Auf Grund dieser Voraussetzungen ergab sich ein unterschiedlicher Einsatz des Klebens im hier betrachteten Bereich der Technik. Während es sich bei bestimmten Anwendungen als Fügeverfahren durchsetzen konnte - so ist das Einkleben von Aussteifungen in Kofferraum- und Motorhauben bei Automobilen Stand der Technik /3.8/ -, hat es in vielen anderen Bereichen bisher nur in Einzelfällen Eingang gefunden. Das geschah oft dann, wenn die herkömmlichen Fügeverfahren nicht zu befriedigenden Ergebnissen geführt haben.

Die Ursache für den unterschiedlichen Stand der Klebtechnik beruht unter anderem auf der voneinander abweichenden Einführung des Klebens in die Fertigung. Wenn der Anwendung eine sorgfältige Erprobung der Klebstoffe, der Klebflächenvorbehandlung, der Klebtechnologie und der Langzeitbeständigkeit der Verbindungen sowie eine Schulung des Personals vorausging, wie dies in der Flugzeugindustrie zum Teil der Fall war, so entsprach die Verbindungsqualität den Erwartungen z.B. beim Flugzeug Fokker Friendship /3.11/. In anderen Bereichen ist demgegenüber oft ein Versagen der Klebverbindung eingetreten, weil diese Voraussetzungen nicht bzw. nur zum Teil erfüllt wurden.

Die erfolgreiche Einführung des Klebens erfordert in gleicher Weise eine optimierte Verfahrenstechnik sowie geschulte Mitarbeiter, wie es bei anderen Fügeverfahren, beispielsweise beim Schweißen, der Fall ist. Daß dies in der Vergangenheit nicht immer genügend beachtet wurde, kann zum Teil auch auf die überzogene Werbung einiger Klebstoffhersteller zurückgeführt werden, die ihre Produkte als einfache Universallösungen für Verbindungsprobleme anbieten, ohne auf die erforderlichen Voraussetzungen und die Grenzen bei der Anwendung deutlich hinzuweisen.

Ein generelles Problem bei der Klebtechnik ist der bisher noch nicht vollständig geklärte Adhäsionsmechanismus zwischen den Fügeteilen und dem Klebstoff. So wurden in neuerer Zeit u.a. von Bischof und Possart /3.9/ und S. Wu /3.39/ sowie auf Tagungen /3.40, 3.41/ verschiedene Adhäsionsmechanismen diskutiert, eine Klärung der Haftung ist jedoch noch nicht erreicht.

Eine weitere Schwierigkeit ist, daß bei den Prüfverfahren der Klebtechnik die mechanischen Eigenschaften der Fügeteile das Prüfergebnis mit beeinflussen. Das gilt vor allem dann, wenn mit relativ dünnen Fügeteilen geprüft wird, wie das bei sehr vielen genormten Prüfverfahren der Fall ist. So wurde bei einer Untersuchung zur Lackhaftung bis zu einer Stärke von 30 mm ein Einfluß der Dicke des lackierten Teiles auf das Prüfergebnis festgestellt /3.10/. Dies erschwert die Übertragbarkeit der Prüfergebnisse.

Bei den technischen Regeln lag, wie gezeigt worden ist, das Schwergewicht beim Kleben von Metallen. Dies trifft auch für die Literatur zum Kleben zu. Der weit überwiegende Teil der Veröffentlichungen befaßt sich mit dem Metallkleben. Für die gesamte Klebliteratur gilt außerdem, daß fast ausschließlich Probleme beim Kleben von gleichartigen Materialien untereinander behandelt werden. Fachartikel, die auf Probleme beim Kleben von unterschiedlichen Werkstoffen miteinander eingehen, sind äußerst selten. Die Problematik dieser Verbindungen ist offen-

sichtlich weitgehend noch nicht erkannt worden oder war noch nicht von Interesse, da derartige Verbindungen bisher nur wenig eingesetzt wurden.

### 3.1 Metallkleben

Obwohl die Haftungsmechanismen zwischen Metalloberfläche und Klebstoff beim Metallkleben noch nicht geklärt sind, hat die ingenieurmäßige Erprobung zu einer vorteilhaften Fügetechnologie geführt.

Vor allem dann, wenn keine hohe Lebensdauer der Verbindung gefordert wird, läßt sich das Metallkleben relativ einfach durchführen. Als Oberflächenvorbehandlung ist vielfach ein Schleifen oder Schmirgeln der Oberfläche ausreichend. Häufig traten jedoch Probleme auf, wenn eine hohe Langzeitbeständigkeit der Verbindung gefordert wurde. Während bei einigen Anwendungen langzeitbeständige Klebverbindungen schon erreicht sind, z.B. beim Flugzeug Fokker Friendship, das bereits seit 25 Jahren mit geklebten Konstruktionen im Einsatz ist /3.11/, oder bei Kupplungs- und Bremsbelägen /3.12/, hat es in anderen Fällen Rückschläge gegeben. So hatten Strukturklebverbindungen sowohl im Airbus als auch bei Flugzeugen der Fa. Boeing keine ausreichende Langzeitbeständigkeit /3.13/. Auch bei Stahl-Holz-Klebverbindungen war die Beständigkeit nicht ausreichend /3.42/, um zwei Beispiele zu nennen.

### 3.2 Kunststoffkleben

Die verschiedenen Kunststoffe weisen sehr unterschiedliche Klebeignung auf. Sie lassen sich entweder durch lösungsmittelhaltige Klebstoffe auf Grund von Diffusionsvorgängen kleben oder mit Hilfe adhäsiver Bindungskräfte. Während die Diffu-



sionsklebung, abgesehen vom Reinigen der Oberfläche, keiner besonderen Oberflächenbehandlung bedarf, ist vor dem adhäsiven Kleben vielfach eine spezielle Vorbehandlung der Oberfläche notwendig.

Kunststoff	Diffusions- kleben mit lösungsmittel- haltigen Klebstoffen	Adhäsionskleben mit Reaktionsklebstoffen	
		ohne Ober- flächenvor- behandlung	nach Ober- flächenvor- behandlung
PVC	+	+	o
PE	-	-	+
PP	-	-	+
PB	-	-	+
PS	+	-	+
ABS	+	(+)	+
POM	-	-	+
FTFE	-	-	+
PA 6	+	(+)	o
PA 6.6-12	-	-	+
PC	+	+	o

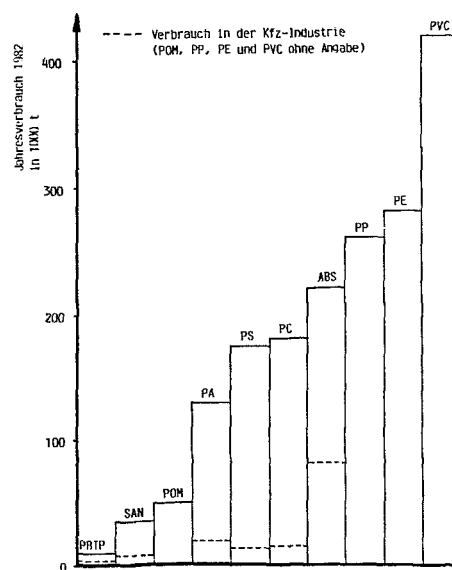
+ geeignet (+) bedingt geeignet, abhängig vom speziellen Typ  
o Vorbehandlung nicht notwendig - ungeeignet

**Tabelle 3.1** Überblick über die Klebeignung einiger häufig eingesetzter Thermoplaste

Bisher wurde die Klebeignung der Kunststoffe im allgemeinen mit der von Lucke /3.14/ entwickelten Tabelle angegeben. Viele Autoren haben sie übernommen und noch in jüngster Zeit ist sie von Ludeck /3.15/ erweitert worden. In dieser Tabelle wird für die Kunststoffe Polarität, Löslichkeit und Klebeignung angegeben. So läßt sich zum Teil erkennen, warum ein Kunststoff klebbar ist oder nicht. Für den Klebstoffanwender ist die

Tabelle jedoch nur bedingt geeignet. Aus diesem Grunde ist zu einer anderen Darstellung der Klebeignung der Kunststoffe in **Tabelle 3.1** übergegangen worden. Sie gibt einen besseren Überblick für die Klebstoffauswahl und über die Notwendigkeit von Vorbehandlungen.

**Tabelle 3.1** gibt einen Überblick über die Klebeignung einiger wichtiger Thermoplaste. Der Maßstab für das Kleben ist dabei die Eignung für konstruktive Klebungen. Die Aussage der Tabelle gilt generell für die aufgeführten Kunststoffe, schließt jedoch spezielle Typen, die z.B. auf besondere Haftungseigenschaften hin entwickelt worden sind, nicht mit ein.



**Bild 3.2** Jahresverbrauch thermoplastischer Kunststoffe in konstruktiven Bereichen in Westeuropa im Jahre 1982 (erstellt nach 3.37)

**Bild 3.2** gibt für 1982 eine Übersicht über die in konstruktiven Bereichen der Technik in Westeuropa am häufigsten verwendeten thermoplastischen Kunststoffe. Beim Vergleich mit **Tabelle 3.1**

fällt auf, daß sowohl von der Anzahl als auch von der Menge her die meisten verarbeiteten Kunststoffe nur mit Adhäsionsklebstoffen nach einer Vorbehandlung geklebt werden können.

Beim Kunststoffkleben gilt ebenso wie beim Metallkleben, daß der Haftmechanismus zwischen Kunststoff und Klebstoff, sowie deren gegenseitige Beeinflussung in Bezug auf die Haftfestigkeit noch nicht geklärt ist /3.16/. Weiterhin ist wenig darüber bekannt, wie eine Oberflächenvorbehandlung des Kunststoffes die chemischen Eigenschaften und die Morphologie der Oberfläche verändert und welche Vorgänge an der Grenzfläche Kunststoff/Klebstoff ablaufen /3.17/. Trotzdem werden auch mit Kunststoffen konstruktive Klebverbindungen hergestellt.

Erschwert wird das Kunststoffkleben dadurch, daß die Erkenntnisse zum Kunststoffkleben noch lückenhafter sind als beim Metallkleben.

- Die in der Literatur dargestellten Ergebnisse erfassen nur Teilbereiche.
- Die Kunststoffhersteller haben teilweise noch keine ausreichenden Kenntnisse, wie ihre Produkte am günstigsten geklebt werden können und welche Verbindungsqualitäten zu erzielen sind, erarbeitet.
- Auch die von den Klebstoffherstellern publizierten Informationen sind teilweise lückenhaft. Über das Festigkeitsverhalten von Kunststoffklebverbindungen in Abhängigkeit von der Zeit und den Umgebungsbedingungen sind kaum Erkenntnisse veröffentlicht. Meistens sind Klebfestigkeiten an Kunststoffen nicht bekannt.
- Ein weiteres Problem stellt die große Zahl der Kunststoffe dar, die unterschiedlich klebbar sind. Auch die modifizierten Arten eines Kunststoff-Grundtyps können beim Kleben zu verschiedenen Ergebnissen führen.
- Auch das Herstellungsverfahren des Kunststoffes kann Einfluß auf die Klebfestigkeit eines Kunststoffes haben.

Aus diesen Gründen ist der Anwender beim Kunststoffkleben weitgehend auf den mehr oder minder großen Erfahrungsschatz der Klebstoffberater der Klebstoffhersteller angewiesen, falls er nicht selbst über entsprechende Erfahrungen verfügt.

Einige Schwierigkeiten beim Kunststoffkleben sollen am Beispiel der Klebflächenvorbehandlung des Kunststoffes Polyoximethylen (POM) aufgezeigt werden:

POM kann nach den vorliegenden Angaben der Fachliteratur sowie der Klebstoff- bzw. Kunststoffhersteller mit folgenden Vorbehandlungsverfahren 'klebfreudig' gemacht werden:

- Beizen nach dem Satinierverfahren /3.18/
- Beizen in Chromschwefelsäure unterschiedlicher Zusammensetzung /3.19/
- Beizen in Phosphorsäure /3.18/
- Beizen in feinpulveriger Kampfersulfonsäure /3.20/
- Beizen in konzentrierter Salzsäure /3.20/
- Beizen mit sauren Beizpasten /3.21/
- Beizen in Chromsäure /3.22/
- Beizen mit wässriger Propansultonlösung /3.25/
- Kleben nach Vorbehandlung mit Lösungsmittel /3.21/
- Abflammen /3.23/
- Mechanisches Aufrauen mit Schmirgelleinen u.ä. /3.11/
- Vorbehandlung im Niederdruckplasma /3.24/

Eine derartige Fülle von Oberflächenvorbehandlungsverfahren erweist sich ohne die gleichzeitige Angabe der erreichbaren Verbindungsqualität für die Praxis als wenig hilfreich; vor allem deshalb, weil die verschiedenen Klebflächenvorbehandlungsverfahren zu stark unterschiedlichen Klebfestigkeiten führen können.

Während beim Kunststoffkleben im Gegensatz zum Metallkleben große Probleme bei der Kurzzeitfestigkeit auftreten, gelten Kunststoffklebverbindungen als unkritisch hinsichtlich der

Langzeitbeständigkeit /3.17/. Mit Alterungsvorgängen muß allerdings auch hier gerechnet werden. Das gilt sowohl für Klebverbindungen mit lösungsmittelhaltigen Klebstoffen /3.26/ als auch für Kunststoffklebverbindungen mit adhäsiven Bindungsmechanismen /3.19/.

### **3.3 Kunststoff-Metall-Klebverbindungen**

Wie bereits beschrieben, ist der Kenntnisstand auf dem Gebiet des Klebens von Metallen und Kunststoffen lückenhaft. Zwangsläufig sind die Kenntnisse über Metall-Kunststoff-Klebverbindungen noch geringer. Es liegen mir derzeit neben den eigenen Arbeiten nur wenige Veröffentlichungen über Kunststoff-Metall-Klebverbindungen vor /3.27-3.35/, die sich ausschließlich mit diesem Thema befassen. Lediglich in Zusammenhang mit anderen Untersuchungen wird vereinzelt auch auf Kunststoff-Metall-Klebverbindungen eingegangen.

Die Auswertung dieser Literatur ergibt kaum allgemeingültige Aussagen. Abgesehen von den Überlegungen zur Prüftechnik /3.28/ und den Betrachtungen zum Einfluß der Form des Überlappungsendes auf Festigkeit und Bruchverhalten /3.34/ fehlt den Publikationen weitgehend ein übergreifender Anspruch. Im Vordergrund steht die im Zugscherversuch ermittelte Klebfestigkeit bei Verwendung bestimmter Klebstoffe, meist ohne auf die Ursachen für Festigkeit und Bruchverhalten einzugehen.

Bei den zitierten Arbeiten ist mit anderen als mit den in dieser Arbeit verwendeten Werkstoffen gearbeitet worden, ein Vergleich der Ergebnisse ist daher nur bedingt möglich. Da außerdem die Materialkennwerte der verwendeten Werkstoffe nicht angegeben sind, ist eine weitere Bearbeitung der dargestellten Ergebnisse z.B. durch die Ermittlung der Materialausnutzung (damit Vergleiche hergestellt werden können) nicht möglich.

### 3.3.1 Einflußfaktoren auf das Tragverhalten von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen

Das Tragverhalten von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen wird von einer Vielzahl von Faktoren beeinflußt. Sie lassen sich in drei Gruppen zusammenfassen, auf die in den folgenden Kapiteln noch näher eingegangen wird.

- **Einflüsse durch die Fügepartner** (Kunststoff, Metall, Klebstoff)
- **Einflüsse durch den Klebprozeß.**
- **Einflüsse durch die Betriebsbedingungen.** Die Betriebsbedingungen, unter denen eine Klebverbindung im Einsatz ist, können im allgemeinen nicht beeinflußt werden. Die Fügepartner und die Parameter des Klebprozesses müssen daher so gewählt werden, daß die Klebverbindung eine den Anforderungen entsprechende Festigkeit während der gesamten Lebensdauer aufweist.

#### 3.3.1.1 Einflüsse der Fügepartner

Die Fügepartner Kunststoff, Metall und Klebstoff beeinflussen die Tragfähigkeit von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen durch die im folgenden beschriebenen Faktoren:

- **Das Festigkeits- und Verformungsverhalten der Fügepartner,** hierzu zählt auch das Werkstoffverhalten beim Auftreten von Spannungskonzentrationen. Dieses weicht im allgemeinen vom Verformungsverhalten bei einem einachsigen Spannungszustand ab. Das Verhalten der Werkstoffe beim Auftreten von Spannungskonzentrationen infolge geometrischer Kerben wird oft als Kerbempfindlichkeit des Werkstoffes bezeichnet /3.36/. Beim Festigkeits- und Verformungsverhalten des Kunststofffügeteiles muß berücksichtigt werden, daß Kunststoffteile im

allgemeinen inhomogen aufgebaut sind und daß die für Klebverbindungen wichtige Oberfläche und die oberflächennahen Bereiche ein anderes Verhalten zeigen, als die Kernbereiche des Teiles. Die Werkstoffkennwerte eines Kunststoffes, wie sie vom Kunststoffhersteller angegeben werden, sind in den meisten Fällen mit dicken Proben ermittelt worden und sind in diesen Fällen im wesentlichen vom Kern des Prüfteiles bestimmt und nicht von den relativ dünnen Oberflächenschichten.

- Der **Oberflächenzustand** von Kunststoff und Metall. Die Oberfläche, wie sie durch den Herstellungsprozeß und die Lagerung der Fügeteile entstanden ist, kann auch eine gegebenenfalls notwendige Oberflächenvorbehandlung beeinflussen.
- Die **Fügeteilgeometrie** im Bereich der Klebstelle.
- Die **Benetzungs- und Adhäsionseigenschaften** des Klebstoffes an den zu klebenden Oberflächen.
- Das **Zeitstandverhalten** der Fügepartner. Hier muß beim Kunststofffügeteil und beim Klebstoff die Neigung zum Versagen auf Grund von Kriechvorgängen berücksichtigt werden.
- Das **dynamische Verhalten** der Fügepartner.
- Das **thermische Verhalten** der Fügepartner.
- Die **Alterungsbeständigkeit** der Systeme Kunststoff - Klebstoff und Metall - Klebstoff.

### 3.3.1.2 Einflüsse durch den Klebprozeß

Als Klebprozeß wird die gesamte Herstellung einer Klebverbindung bezeichnet. Dazu zählt die Oberflächenvorbehandlung der Fügeteile einschließlich der Reinigungsvorgänge, der eigent-

liche Klebvorgang mit dem Auftragen des Klebstoffes, dem Positionieren und Fixieren der Teile und der Abbindevorgang des Klebstoffes. Die Einflußfaktoren des Klebprozesses sind:

- Der **Oberflächenzustand** der Fügeteile, wie er durch die Vorbehandlungs- oder Reinigungsprozesse hergestellt wird. Hierbei muß besonders beachtet werden, daß sich vorbehandelte Oberflächen während der Liegezeit, der Zeit zwischen Vorbehandlung und Klebstoff- bzw. Primerauftrag, verändern können.
- Die **Abbindebedingungen** des Klebstoffes beeinflussen sein Festigkeits- und Verformungsverhalten, was Rückwirkungen auf die Klebfestigkeit haben kann.
- Die **Klebschichtdicke** stellt sich im allgemeinen in Abhängigkeit von der Dicke des Klebstoffauftrages, von der Höhe des Anpreßdruckes, der Größe der Klebfläche, der Viskosität des Klebstoffes und der Abbinde-temperatur ein. Wenn nicht besondere Maßnahmen ergriffen werden, um eine gleichmäßige Schichtdicke zu erzielen, schwankt sie in gewissem Bereich, der beim manuellen Kleben stark von der Person beeinflußt wird, die den Klebvorgang durchführt.
- **Eigenspannungen** in der Klebfuge können beim Abbinden der Klebstoffe entstehen. Die Klebstoffe schrumpfen klebstoffabhängig mehr oder minder stark beim Abbinden. Dies führt zu Eigenspannungen, da die Fügeteile diesem Schrumpfprozeß nicht unterliegen. Kunststoffe und Metalle besitzen unterschiedliche Wärmeausdehnungskoeffizienten. Wird die Klebverbindung bei erhöhter Temperatur abgebunden, so können beim Abkühlen von der Abbinde- auf Raumtemperatur wegen der unterschiedlichen Wärmeausdehnung Spannungen entstehen. Derartige Spannungen können auch im Einsatz auftreten, wenn die Verbindung wechselnden Temperaturen unterliegt.
- **Klebfehler** wie Luftbläschen usw. können zu einem örtlich erhöhten Spannungszustand führen. Obwohl in Bezug auf die



Gesamtklebläche der Fehler von untergeordneter Bedeutung ist, so kann doch durch die partielle Spannungserhöhung am Fehler der Bruch bei einer geringen Nennspannung eingeleitet werden. Zu örtlich überhöhten Spannungen kann es auch kommen, wenn die Klebschicht im Bereich der Klebläche unterschiedliche Dicken aufweist.

### **3.3.1.3 Einflüsse durch die Betriebsbedingungen**

Die Einflußfaktoren der Betriebsbedingungen, auf die jedoch in der vorliegenden Arbeit nicht eingegangen wird, sind:

- **Belastungsrichtung** (Schub, Schälung, usw.). Die Belastungsrichtung in der Klebfuge kann in vielen Fällen durch die Konstruktion der Klebstelle beeinflusst werden.
- **Belastungsart** (statisch, dynamisch)
- **Belastungsgeschwindigkeit**
- **Umgebungseinflüsse** (Wasser, aggressive Medien, Strahlung, Wärme, usw.)

## 4. VERSUCHSAUFBAU UND DURCHFÜHRUNG

### 4.1 Versuchswerkstoffe

#### 4.1.1 Metalle

Stahl ist in dem in dieser Arbeit betrachteten Bereich der Industrie der am meisten verwendete Werkstoff. Es bietet sich somit an, Kunststoff-Stahl-Klebverbindungen zu untersuchen. Der bei den Klebversuchen verwendete Stahl ist Tiefziehblech, da bei tiefgezogenen Teilen (Massenteilen) häufig Verbindungen mit Kunststoffen zu erwarten sind. Zur Anwendung kamen Feinbleche der Qualitäten St 1203 und St 1403 nach DIN 1623. Der wesentliche Unterschied dieser Bleche liegt in der Streckgrenze, der Bruchdehnung und der Desoxidation /4.1/. Da bei der Prüfung der Klebverbindungen keine Unterschiede zwischen den beiden Blechqualitäten festgestellt wurden, wird im folgenden nur von Stahl gesprochen.

Die Bleche befanden sich in geöltem Anlieferungszustand. Sie wiesen kleine Riefen und zum Teil auch einen leichten Rostansatz auf. Da jedoch alle Stahlbleche vor dem Kleben mit 1.1.1.-Trichlorethan entfettet und anschließend geschmirgelt wurden (Schleifleinen 80er Korn), war die ursprüngliche Oberfläche beim Kleben nicht mehr vorhanden. So wurde eine gleichmäßige Oberflächenqualität aller Stahlteile erreicht.

Die Untersuchung des Einflusses der Verformbarkeit der Metalle auf die Klebfestigkeit wurde nicht mit Stahlblechen, sondern mit Aluminiumwerkstoffen durchgeführt. Aluminiumbleche haben bei gleicher chemischer Zusammensetzung unterschiedliche Festigkeiten, die durch verschiedene Verformungsgrade erreicht werden /4.2/. Ein Einfluß der chemischen Zusammensetzung des metallischen Fügepartners auf die Klebfestigkeit ist in diesem Falle nicht vorhanden. Da von einer Legierung im allgemeinen

nur Bleche mit drei unterschiedlichen Festigkeitsklassen lieferbar sind, mußten zur besseren Absicherung der Ergebnisse zusätzlich zwei Bleche mit einer möglichst ähnlichen Legierung in die Untersuchungen mit einbezogen werden.

Es wurden folgende Aluminiumlegierungen und Festigkeitsklassen gewählt:

Al Mg 1 F 10  
Al Mg 1 F 13  
Al Mg 3 F 18  
Al Mg 3 F 23  
Al Mg 3 F 26

Von den Blechtafeln aus Stahl und Aluminium sind die Fügeteile mit einer Schlagschere abgeschnitten worden. Durch den Schneidvorgang erhielten die Bleche eine leichte Krümmung in Längsrichtung. Die Krümmung führte im Klebbereich zu geringen Unterschieden in der Klebschichtdicke.

Für den Keiltest ist kaltgezogenes Stangenmaterial aus St 37 und Al Mg Si 0,5 mit dem Querschnitt 25 mm \* 3 mm verwendet worden. Die einzelnen Proben wurden von der Stange abgesägt. Die gegenüber den Blechen veränderten Materialqualitäten beruhten auf Beschaffungsproblemen.

Mit 50 µm dicken Folien aus amorphem Metall wurden einige Versuche zum Einfluß der Verformungsbehinderung der Kunststoffteile durchgeführt. Bei der Folie handelte es sich um eine Legierung aus  $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{14}\text{B}_6$  von der Firma Krupp in Essen.

Amorphe Metalle oder metallische Gläser, wie sie auch genannt werden, haben, im Gegensatz zu den üblichen Metallen, eine amorphe Struktur. Eine ihrer Eigenschaften ist eine sehr hohe Zugfestigkeit /4.3/. Aus diesem Grund wurden sie für die Versuche verwendet.

Die Breite der Bänder betrug 25 mm und entsprach damit der Breite der Kunststoffproben. Durch Knicken über eine scharfe Kante wurde die erforderliche Probenlänge hergestellt.

In **Tabelle 4.1** sind einige mechanische Eigenschaften der verwendeten Metalle aufgeführt.

	St 1403	Al Mg 1 F10 F13		Al Mg 3 F18 F23 F26			amorphes Metall
Zugfestigkeit $\text{N/mm}^2$	322	134	166	214	249	334	1750
Streckgrenze $\text{N/mm}^2$	151	122	147	103	178	282	-
E-Modul $\text{kN/mm}^2$	210	60	60	60	60	60	125

**Tabelle 4.1** Einige mechanische Eigenschaften der verwendeten Metalle

#### 4.1.2 Kunststoffe

Der Schwerpunkt der Untersuchungen wurde bei den Kunststoffen auf **Polyoximethylen (POM)** gelegt. POM ist ein teilkristalliner Thermoplast, der als hochwertiger Kunststoff fast ausschließlich für konstruktive Anwendungen eingesetzt wird. Damit ist POM aus der Sicht möglicher Anwendungen für die Untersuchungen gut geeignet.

Weitere Untersuchungen sind mit den ebenfalls teilkristallinen Thermoplasten **Polypropylen (PP)** und **Polyethylen (PE)** sowie mit den amorphen Thermoplasten **Polycarbonat (PC)** und **Polystyrol (PS)** durchgeführt worden. Bei PP und PE handelt es sich um Massenkunststoffe, die schlecht klebfähig sind, wie aus **Bild**

**3.2** und **Tabelle 3.1** zu entnehmen ist. PC und PS sind amorphe Thermoplaste, von denen PC im Gegensatz zu PS als gut klebfähig gilt, **Tabelle 3.1**. Auch diese Kunststoffe werden sehr häufig eingesetzt, **Bild 3.2**.

Die Untersuchungen an Polyoximethylen (POM) wurden mit Hostaform der Fa. Hoechst durchgeführt, wobei für die meisten Versuche **Hostaform C 9021** verwendet wurde. Hostaform C 9021 ist ein Copolymerisat, ein Grundtyp für die Spritzgußverarbeitung. Es gibt ihn in 5 weiteren, speziell modifizierten Typen /4.4/.

Mit **Hostaform C 9021 GV 1/30**, **C 9021 M** und **C 9021 TF**, alles modifizierte Typen von C 9021, sowie mit **Hostaform T 1020** wurden zusätzlich zu Hostaform C 9021 Untersuchungen zur Klebflächenvorbehandlung durchgeführt. Hierbei sollte festgestellt werden, in welchem Maße die an C 9021 gewonnenen Erkenntnisse auf die modifizierten Typen übertragen werden können.

**Hostaform C 9021 GV 1/30** ist mit Glasfasern verstärktes C 9021. Der Glasfaseranteil beträgt etwa 26%, wodurch vor allem die mechanischen Eigenschaften verändert werden. So erhöhen sich unter anderem die Reißfestigkeit und der Elastizitätsmodul, während Schlag- und Kerbschlagzähigkeit in gewissem Maße vermindert werden /4.4/.

**Hostaform C 9021 M** ist mit Molybdändisulfid modifiziert, wodurch sich in erster Linie die Reibungszahlen verändern /4.4/.

**Hostaform C 9021 TF** ist mit Polytetrafluorethylen (PTFE) modifiziert. Hierdurch verbessern sich die Gleiteigenschaften. Gleichzeitig liegen die mechanischen Eigenschaften etwas niedriger als beim nicht modifizierten C 9021 /4.4/.

**Hostaform T 1020** ist ein Terpolymerisat, das zur Herstellung von dickwandigen Spritzgußteilen sowie zum Extrusionsblasen verwendet wird /4.4/.

	Prüfmethode	Polyoximethylen (POM)				
		C9021	C9021M	C9021TF	C9021GV1/30	T1020
Streckspannung N/mm <sup>2</sup>	DIN 53455	73	72	53	130	68
Reißfestigkeit N/mm <sup>2</sup>	DIN 53455	-	-	-	-	-
Reißdehnung %	DIN 53455	60-70	60-70	20-25	3	60-70
Schlagzähig- keit mJ/mm <sup>2</sup>	DIN 53455	o.Br.	100- o.Br.	30	30	o.Br.
Kerbschlag- zähigkeit bei 23°C mJ/mm <sup>2</sup>	DIN 53455	9	7	4,5	6	9

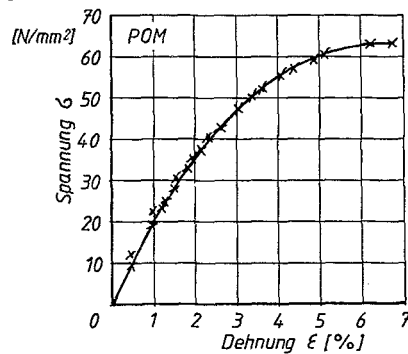
	Prüfmethode	PP	PE		PS
		1070F	GR7255P	GUR412	S6600
Streckspannung N/mm <sup>2</sup>	DIN 53455	35	28	22	-
Reißfestigkeit N/mm <sup>2</sup>	DIN 53455	28	38	44	33
Reißdehnung %	DIN 53455	400	600	400	40
Schlagzähig- keit mJ/mm <sup>2</sup>	DIN 53455	o.Br.	-	-	o.Br.
Kerbschlag- zähigkeit bei 23°C mJ/mm <sup>2</sup>	DIN 53455	7	o.Br.	o.Br.	9

- keine Angabe

**Tabelle 4.2** Mechanische Eigenschaften der untersuchten Kunststoffe (Nach Herstellerangaben /4.2-4.7/)

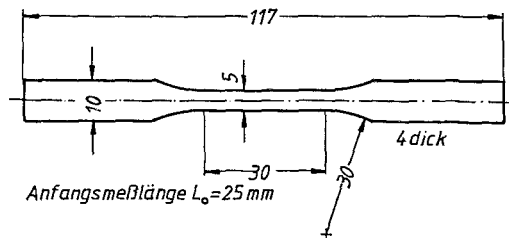
Einige wichtige mechanische Eigenschaften der untersuchten POM-Typen können aus **Tabelle 4.2** entnommen werden.

Das Spannungs-Dehnungs-Verhalten von Hostaform C 9021 zeigt **Bild 4.3**. Die Prüfbedingungen entsprachen den Bedingungen des Zugscherversuches der Klebproben. Die Abweichungen gegenüber den Herstellerangaben beruhen auf unterschiedlichen Prüfkörpern und Prüfbedingungen.



**Bild 4.3** Spannungs-Dehnungs-Verhalten von Hostaform C 9021

Den Prüfkörper zur Ermittlung des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens zeigt **Bild 4.4**. Er ist aus den gleichen spritzgegossenen Platten gefertigt worden, aus denen auch die Klebproben hergestellt worden sind. Während die Proben zur Bestimmung des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens gefräst wurden, sind die Klebproben durch Sägen hergestellt worden.



**Bild 4.4** Probekörper zur Ermittlung des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens von POM

Da an unvorbehandeltem POM nur so geringe Klebfestigkeiten erzielt werden, daß konstruktive Klebverbindungen nicht realisiert werden können, wurde der Einfluß der Klebflächenvorbehandlung auf die Festigkeit der Verbindung mit untersucht. Dies gilt, bis auf PC, auch für alle anderen Kunststoffe.

Von den im Niederdruckverfahren hergestellten **Polyethylen (PE)** hoher Dichte (HDPE) wurden **Hostalen GR 7255 P** und **Hostalen GUR 412** der Firma Hoechst untersucht. Hostalen GR 7255 besitzt eine mittlere Molmasse von ca. 500.000 g/mol. Das ultrahochmolekulare Hostalen GUR 412 hat eine wesentlich höhere mittlere Molmasse von ca. 6.000.000 g/mol /4.5/. Mit steigender Molmasse verbessern sich die Eigenschaften wie Zähigkeit, Verschleißwiderstand und Spannungsrißbeständigkeit /4.6/. Die Dichte von GUR 412 liegt mit  $0,94 \text{ g/cm}^3$  unter der Dichte des GR 7255 P (Dichte =  $0,984 - 0,952 \text{ g/cm}^3$ ). Daraus kann geschlossen werden, daß GR 7255 einen höheren Kristallinitätsgrad als GUR 412 aufweist.

Mit der vergleichenden Untersuchung sollte geprüft werden, ob die Vorbehandlungsparameter durch die unterschiedlichen PE-Typen beeinflußt werden. Die mechanischen Kennwerte sind in **Tabelle 4.2** aufgeführt. Bei PE wurden drei Materialstärken untersucht, die zur Verfügung gestellt wurden: GR 7255 in 4 mm und 6 mm Stärke; GUR 412 in 4 mm und 5 mm Stärke. Die angelieferten PE-Platten sind vom Hersteller durch Schälen aus größeren Blöcken hergestellt worden. Durch Sägen erfolgte die Aufteilung der Platten in Klebproben.

Der untersuchte **Polypropylen (PP)**-Typ ist **Hostalen PPR 1070 F** der Firma Hoechst, ein grunostabilisiertes Homopolymerisat /4.8/. Die mechanischen Eigenschaften sind der **Tabelle 4.2** zu entnehmen. Die Klebproben wurden aus spritzgegossenen Platten herausgesägt.

Von den **Polystyrol (PS)**-Typen wurde das hochschlagzähe **Hostyren S 6600** der Firma Hoechst geprüft. Es weist eine sehr hohe



Zähigkeit und Reißdehnung auf /4.9/. Die mechanischen Eigenschaften sind in **Tabelle 4.2** zu finden. Die Klebproben wurden ebenfalls aus spritzgegossenen Platten herausgesägt.

Bei dem untersuchten **Polycarbonat (PC)** handelte es sich um unverstärktes transparentes **Makrolon** der Firma Bayer /4.10/, dessen mechanische Eigenschaften in **Tabelle 4.2** aufgeführt sind. Aus extrudierten Platten wurden die Klebproben mit einer Bandsäge herausgeschnitten, wobei sich sehr raue Schnittkanten an den Proben ergaben. Ein Einfluß der Kantenbeschaffenheit auf die Klebfestigkeit z.B. durch Kerbwirkung wurde nicht festgestellt, da kein Bruch der Klebverbindung vom Rand ausgegangen ist.

#### **4.1.3 Klebstoffe**

Für das Kleben von Metallen und Kunststoffen wird eine Vielzahl von Klebstoffen angeboten. Den Angaben der Klebstoffhersteller ist jedoch nicht zu entnehmen, welche Klebfestigkeiten bei bestimmten Materialkombinationen zu erreichen sind, sondern die Klebstoffe werden lediglich als geeignet bezeichnet.

Klebstoffe für Kunststoff-Metall-Klebverbindungen benötigen sowohl zum Kunststoff als auch zum Metall ein gutes Benetzungs- und Adhäsionsvermögen.

**Lösungsmittelhaltige Klebstoffe** müssen zum Einsatz in Kunststoff-Metall-Klebverbindungen so eingestellt sein, daß an der Metalloberfläche Adhäsionsbindungen entstehen können. An der Kunststoffoberfläche können entweder Adhäsionsbindungen oder Bindungen durch Diffusionsvorgänge entstehen. Das Lösungsmittel diffundiert aus dem aufgetragenen Klebstoff heraus, wodurch sich der Klebstoff verfestigt. Die Gefahr der Schädigung der Kunststoffe durch das Lösungsmittel ist bei den Kunststoff-Metall-Klebverbindungen in besonders starkem Maße gegeben, da das nach dem Ablüften beim Fügen noch vorhandene Restlösungs-

mittel nur durch ein Füge- teil, den Kunststoff, hinausdiffundieren kann. Eine Schädigung der Kunststoffe durch das Lösungsmittel kann zu vorzeitigem Versagen bei Betriebsbelastung führen, wie dies für geklebte Teile aus PVC festgestellt wurde /4.11/. Aus diesem Grund wird von der Anwendung lösungsmittelhaltiger Klebstoffe für Kunststoff-Metall-Verbindungen abgeraten /4.12/. Andere Autoren /4.13/, /4.14/ haben hingegen mit lösungsmittelhaltigen Klebstoffen bei Kunststoff-Metall-Klebeverbindungen gute Klebfestigkeiten erzielt. Ein Vergleich bezüglich der Alterungsbeständigkeit von Verbindungen mit lösungsmittelhaltigen und lösungsmittelfreien Klebstoffen steht jedoch noch aus.

Bei der Verarbeitung von lösungsmittelhaltigen Klebstoffen muß beachtet werden, daß die Lösungsmittel im allgemeinen leicht brennbar und gesundheitsgefährdend sind und somit besondere Arbeitssicherheitsmaßnahmen vorgenommen werden müssen. Weiterhin sind die Lösungsmittel stark umweltschädigend /4.15/. Eine Rückgewinnung der Lösungsmittel aus der Abluft ist zwar möglich /4.16/, jedoch mit zusätzlichen Kosten verbunden.

Bei **Haft- und Kontaktklebstoffen** ist die Kohäsionsfestigkeit nur gering, was zu niedrigen Verbindungsfestigkeiten führt. Zum Kleben von strukturellen Verbindungen sind diese Kleber somit nicht geeignet.

Auch bei den **Schmelzklebstoffen** beruht die Haftung auf Adhäsionsvorgängen. Die Verfestigung des Klebers ist ein physikalischer Vorgang. Durch den Übergang des schmelzflüssig aufgetragenen Klebstoffes in die feste Phase wird seine Kohäsionsfestigkeit erreicht. Die Adhäsionsbindungen entstehen beim Benetzen der Füge- teile durch den flüssigen Klebstoff.

Beim Verbinden von Kunststoffen mit Metallen durch Schmelzkleber müssen die Metallteile erwärmt werden, wenn gute Klebfestigkeiten erreicht werden sollen /4.17/, da nur bei einer entsprechenden Metalltemperatur eine gute Benetzung des Metalls durch den Klebstoff erzielt wird. Die notwendige Erwärmung der

Metallteile kann den Einsatz von Schmelzklebstoffen bei Kunststoff-Metall-Klebverbindungen erschweren oder verhindern.

Eine Erwärmung der Metallteile ist auch bei Verwendung von nachvernetzenden Schmelzklebstoffen notwendig, wenn gute Klebfestigkeiten erreicht werden sollen /4.18/.

Den durch eine chemische Reaktion abbindenden **Reaktionsklebstoffen** kommt bei konstruktiven Verbindungen von Metallen mit Kunststoffen die weitaus größte Bedeutung zu. Sie haben eine hohe Kohäsionsfestigkeit. Der Bindungsmechanismus dieser Klebstoffe ist adhäsiv, so daß die Kunststoffe durch den Klebstoff vermutlich nicht beeinflußt werden.

Wegen der Temperaturempfindlichkeit vieler Kunststoffe kommen nur kaltabbindende und bis etwa  $T = 100^{\circ}\text{C}$  warmabbindende Systeme in Frage. Die kaltabbindenden Cyanacrylate und anaeroben Klebstoffe sind zwar vom Abbindemechanismus her für die Kunststoff-Metall-Klebverbindungen geeignet, werden jedoch in die Untersuchungen nicht mit einbezogen, da sie nur in geringen Schichtdicken vollständig aushärten und aus diesem Grunde in ihrem Einsatzbereich begrenzt sind. Somit bieten sich kalthärtende Zweikomponenten-Epoxidharze (EP) und Polyurethanklebstoffe (PUR) sowie die Acrylate der 2. Generation (SGA) als Klebstoffe für Kunststoff-Metall-Klebverbindungen an.

Alle für die Versuche ausgewählten Klebstoffe sind laut Herstellerangaben sowohl zum Kleben von Kunststoffen als auch von Metallen geeignet. Weitergehende Angaben werden jedoch nicht gemacht.

Die Versuche wurden schwerpunktmäßig mit dem kaltaushärtenden zweikomponentigen **Epoxidharz Araldit AW 106** mit Härter HV 953 U der Ciba-Geigy AG durchgeführt. Hierbei handelt es sich um einen bewährten und vielseitig einsetzbaren Klebstoff. Mit Araldit AW 106 entstehen lt. Herstellerangaben mittelharte bis flexible Klebfugen. Die Klebfestigkeit nach DIN 53 283 beträgt

an geschmirgeltem Aluminium 14 - 17 N/mm<sup>2</sup>, wenn der Klebstoff bei T = 20°C abbindet /4.19/.

Aus der Gruppe der **Polyurethanklebstoffe** wurden zwei Typen verwendet: Ibola R 101 mit Härter 7 und Tegocoll PUR 636. Beide sind Zweikomponenten-Klebstoffe, die sowohl bei Raumtemperatur als auch bei erhöhter Temperatur abbinden. Polyurethanklebstoffe werden häufig für Klebverbindungen eingesetzt, von denen eine große Flexibilität erwartet wird /4.20/. Damit entspricht diese Klebstoffgruppe der Forderung /4.21/, daß für flexible Klebverbindungen (Verbindungen mit hohem plastischen Verformungsvermögen) - dazu zählen Verbindungen mit Kunststoffen - auch flexible Klebstoffe verwendet werden sollen.

**Ibola 101** ist lt. Herstellerangaben besonders zum Herstellen von Verbundplatten aus unterschiedlichen Werkstoffen geeignet. Eine Klebfestigkeit ist in der Firmenschrift nicht angegeben /4.22/. Hersteller ist die Firma Fuller, München, früher ISAR-RAKOLL Chemie GmbH.

**Tegocoll PUR 636** wird von der Firma Goldschmidt AG, Essen, hergestellt. Die Klebfestigkeit für Aluminium beträgt 19 - 20 N/mm<sup>2</sup> /4.23/. Sie liegt oberhalb der Klebfestigkeit des verwendeten Epoxidharzes. Dabei muß jedoch berücksichtigt werden, daß die Festigkeit des PUR-Klebstoffes an einer gebeizten Oberfläche erreicht wurde, während die Klebfestigkeit des Epoxidharzes an geschmirgelten Aluminiumproben ermittelt wurde. Die Festigkeitsangaben sind folglich nicht direkt miteinander vergleichbar.

Aus der Gruppe der **Acrylatklebstoffe** ist **Metallon LA 2002** (Harz) mit **LA 5202** (Aktivator) ausgewählt worden. Bei diesem Klebstoff handelt es sich um einen sogenannten "Acrylatklebstoff der 2. Generation", der im "no-mix"-Verfahren verarbeitet wird. Harz und Aktivator werden dabei nicht gemischt, sondern getrennt auf ein Fügeteil aufgetragen. Die Verfestigungsreaktion tritt erst dann ein, wenn die mit den Klebstoffkomponenten

beschichteten Fügeteile aufeinandergelegt werden und dadurch Klebstoff und Aktivator in Kontakt miteinander treten. Die Klebfestigkeit nach DIN 53 283 beträgt 18 - 24 N/mm<sup>2</sup> /4.24/.

#### 4.2 Klebvorgang

Bei den verwendeten Zweikomponenten-Klebstoffen, deren Komponenten gemischt werden müssen (Epoxidharz und PUR-Klebstoff), wurden die einzelnen Komponenten mit einer Feinwaage auf 0,2% genau in ein Einmalgefäß eingewogen. Die Vermischung der Komponenten erfolgte durch intensives Rühren mit einem Holzspatel. Mit diesem Spatel ist dann der Klebstoff auf das Fügeteil aufgetragen worden, welches bereits in der Klebvorrichtung lag. Anschließend wurde auf dieses Fügeteil das andere aufgelegt. Durch leichtes Andrücken des Fügeteiles mit der Hand erfolgte die Benetzung des zweiten Fügeteiles mit Klebstoff. Positioniert wurden die Fügeteile dadurch, daß sie gegen Endanschläge in der Vorrichtung gedrückt wurden. Ein kleines Gewicht von 50 Gramm auf dem oberen Fügeteil soll ein Verschieben der Fügeteile beim Transport und beim Abbinden verhindern. Die Klebvorrichtung mit den Fügeteilen zeigt Bild 4.5.

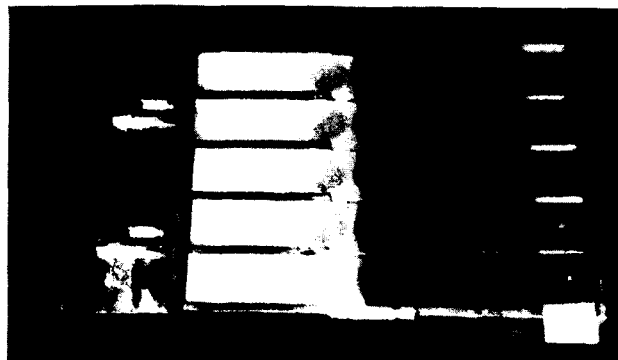
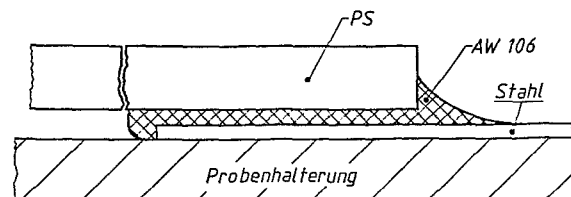


Bild 4.5 Klebvorrichtung mit eingelegten Teilen

Zuviel aufgetragener Klebstoff wird durch das Andrücken der Fügeteile aus der Klebfuge verdrängt und bildet an beiden Enden der Überlappung einen Klebwulst. Ein starker Klebwulst hängt sich als Tropfen mit relativ scharfem Übergang an die Unterseite der Fügeteile **Bild 4.6**. Auf der Oberseite der Fügeteile formt sich der Klebwulst im allgemeinen als Hohlkehle aus. Da ein stark ausgeprägter Klebwulst am Kunststoffteil eine Korb-



**Bild 4.6** Ausbildung des Klebwulstes bei Kunststoff-Metall-Klebverbindungen

wirkung ausüben kann, wird das Metallteil in der Klebvorrichtung auf das Kunststoffteil gelegt. So wird die Bildung eines ausgeprägten Klebwulstes im gefährdeten Bereich des Kunststoffteiles vermieden.

Die Klebvorrichtungen werden in bestimmten Zeitabständen mit PTFE-Spray besprüht, um ein Ankleben der Fügeteile durch ausgetretenen Klebstoff in der Vorrichtung zu verhindern.

Kunststoffe und Metalle weisen stark voneinander abweichende Wärmeausdehnungskoeffizienten auf, wodurch bei erhöhter Abbinde-temperatur Eigenspannungen in der Verbindung entstehen können. Um diese zu vermeiden, sollten die Klebstoffe bei Raumtemperatur abgebunden werden. Da bei Raumtemperatur zum Teil sehr lange Abbindezeiten notwendig sind, so erreicht der Klebstoff Araldit AW 106 bei Raumtemperatur seine maximale Klebfestigkeit erst nach 5 Tagen, ist bei leicht erhöhter Temperatur abgebunden worden, z.B. 50 °C, 4 Stunden für Araldit AW 106.

Bei den Zweikomponenten-Klebstoffen, bei denen die Komponenten nicht gemischt werden (Acrylatklebstoffe), wurden der Klebstoff und der Aktivator jeweils auf ein Fügeteil aufgetragen. Danach sind die Fügeteile in gleicher Weise, wie oben beschrieben, in die Klebvorrichtung eingelegt und fixiert worden. Das Abbinden dieser Klebstoffe erfolgte bei Raumtemperatur.

#### 4.3 Prüfung

Der größte Teil der Klebverbindungen wurde im Zugscherversuch getestet. Als Kurzzeitversuch zur Beurteilung der Langzeitbeständigkeit ist außerdem noch der Keiltest eingesetzt worden.

Die Qualität einer Klebflächenvorbehandlung kann außer mit dem Zugscherversuch nach DIN 53 283 /4.25/ auch mit dem Winkelschälversuch, DIN 53 282 /4.26/ und dem Rollenschälversuch, DIN 53 289 /4.27/, untersucht werden. Schälversuche sind allerdings an spritzgegossenen Kunststoffteilen nicht durchführbar. Der Winkelschälversuch eignet sich nur dann, wenn beide Teile gleich gut verformbar sind. Dies ist bei den gewählten Fügeteilen, Kunststoff und Metall, nicht der Fall. Allenfalls ließe sich der Winkelschälversuch mit zwei Kunststofffolien durchführen. Diese werden jedoch nicht spritzgegossen, sondern extrudiert oder geblasen und haben daher einen anderen Aufbau als spritzgegossene Teile, die bevorzugt untersucht werden sollen.

Wegen der geringeren Verformbarkeit von dickeren spritzgegossenen Teilen müßte im Rollenschälversuch das Metall vom Kunststoffteil abgezogen werden. Dabei würde sich am Metallteil der kleinere Schälradius einstellen, während das Kunststoffteil fast gerade bleibt. Die höhere Belastung tritt folglich im Bereich Metall-Klebstoff auf, der bei den Klebflächenvorbehandlungen der Kunststoffe jedoch nicht untersucht werden soll.

Eine weitere Möglichkeit die "Adhäsionseigenschaften" zwischen Füge­teil und Klebstoff zu prüfen ist der Zugversuch, DIN 53 288 /4.28/. Er erfordert einen hohen Aufwand für die Probenherstellung, weil die normgerechten Prüflinge durch Spritzgießen in einer speziellen Form hergestellt werden müßten. Außerdem ist der Spannungszustand im Bereich der Klebschicht wie beim Zug­scherversuch mehrachsig, so daß ähnliche Probleme wie beim Zugscherversuch auftreten.

Der mehrachsige Spannungszustand in der Klebschicht entsteht unter anderem dadurch, daß das Kunststoffteil, die Klebschicht und das Metallteil ein voneinander abweichendes Verformungsverhalten haben. Das geklebte Teil weist somit stoffliche Inhomogenitäten auf. Stoffliche Unstetigkeiten in einem Bauteil haben analoge Wirkung auf die Spannungsverteilung wie Kerben /4.29/. Die durch Kerben verursachten Spannungsgradienten in Bauteilen sind bekannt, so daß an dieser Stelle nicht weiter darauf eingegangen wird, siehe auch Kapitel 5.2.

Stier /4.30/ hat an spannungsoptischen Modellen die ungleichmäßige Spannungsverteilung in der Klebschicht zugbelasteter Metallklebverbindungen nachgewiesen.

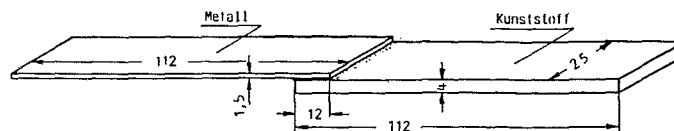
#### **4.3.1 Zugscherversuch**

Bei der Prüfung von Klebverbindungen und damit auch bei der Optimierung ihrer Festigkeit war bisher die im Zugscherversuch geprüfte, einschnittig überlappte Klebverbindung die am häufigsten verwendete Prüfanordnung. Das gilt sowohl für das Metallkleben (hier ist ein entsprechender Versuch zur Ermittlung der Klebfestigkeit in DIN 53 283 /4.25/ genormt) als auch für das Kunststoffkleben und das Kleben von Kunststoffen mit Metallen. Für diese Werkstoffe bzw. Werkstoffpaarungen besteht jedoch keine DIN Norm.



Beim Zugscherversuch einschnittig überlappter Verbindungen liegt ein sehr komplizierter Belastungszustand vor, in dem die einzelnen Belastungskomponenten nicht oder nur schwer voneinander zu trennen sind. Trotzdem wurde der Zugscherversuch auch in dieser Arbeit zur Ermittlung der Festigkeit von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen angewendet. Nur so ist es möglich, die gewonnenen Erkenntnisse mit den Ergebnissen anderer Autoren in Beziehung zu setzen.

Die Abmessungen der im Zugscherversuch geprüften Kunststoff-Metall-Klebverbindungen entsprechen weitgehend der DIN 53 281 /4.34/, lediglich die Dicke der Kunststoffteile wurde von  $a = 1,5 \text{ mm}$  auf  $a = 4 \text{ mm}$  heraufgesetzt. Durch diese Maßnahme soll die Tragfähigkeit des Kunststoff- und des Metallteiles einander angenähert werden. Außerdem dürften derartige Fügeteilabmessungen den Gegebenheiten in der Praxis näher kommen, als wenn beide Teile der Norm entsprechend eine Stärke von  $a = 1,5 \text{ mm}$  aufweisen würden. Die Probenanordnung ist in **Bild 4.7** gezeigt.



**Bild 4.7** Probenanordnung für den Zugscherversuch

Der Zugscherversuch wurde nach DIN 53 283 /4.25/ durchgeführt. Die Prüfgeschwindigkeit betrug  $v = 5 \text{ mm pro Minute}$ .

Für jeden Meßpunkt wurden fünf Prüflinge unter gleichen Bedingungen hergestellt und geprüft.

Die Prüfung der Klebproben erfolgte mit den Zugprüfmaschinen Instron, Modell 1122 und Wolpert UHP-KMD-W 50. Unterschiede in den Ergebnissen zwischen den verwendeten Prüfmaschinen konnten nicht festgestellt werden.

#### 4.3.2 Keiltest

Der Keiltest erzeugt in den Adhäsionsbereichen der Prüfkörper überwiegend Normalspannungen, die zur Prüfung von Haftung besser geeignet sind als Zugspannungen /4.31 - 4.33/. Der Test, auch Boeing test, wedge test, Boeing wedge test, crack propagation test, crack extension test und cleavage test genannt, wurde bei der Firma Boeing Commercial Airplane Company entwickelt /4.35 und 4.36/. Für den Versuch werden zwei Teile flächig aufeinander geklebt. In die Klebfuge wird nach dem Abbinden des Klebstoffes ein Keil eingetrieben und so die Klebverbindung in Teilbereichen aufgebrochen. Nachdem diese Rißlänge, die sogenannte Anfangsrißlänge  $a_0$ , gemessen ist, wird die Probe in feuchtwarmem Klima gelagert und dabei das Rißwachstum  $\Delta a$  gemessen und die Bruchart beobachtet (Siehe Bild 4.8).

Während im Zugscherversuch nur geprüft wird, bei welcher von außen angelegten Last die Verbindung versagt, wird beim Keiltest neben einer mechanischen Belastung auch noch eine "chemische Belastung" in die Klebverbindung eingebracht.

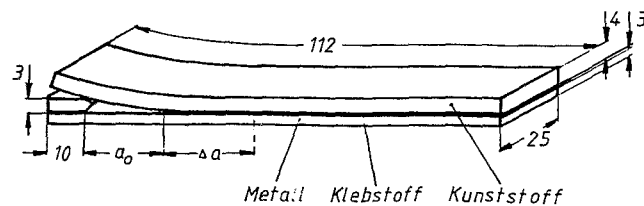
Nach dem Eintreiben des Keiles ist an der Rißspitze ein Gleichgewichtszustand zwischen der mechanischen Spannung und dem Adhäsionsvermögen des Systems Kunststoff-Klebstoff-Metall eingetreten. Dieses Gleichgewicht wird durch die Feuchtigkeit und die Temperatur der Lagerbedingungen gestört. Das Wasser kann Bindungen im Adhäsionsbereich irreversibel lösen, die Festigkeit der Verbindung läßt nach. Dies hat eine Rißausbreitung zur Folge. Bei einer vergrößerten Rißlänge, d.h. geringerer Spannung an der Rißspitze, kommt es zu einem erneuten Gleichgewichtszustand, der unter Umständen erst nach längerer Zeit erreicht wird.

Der Versuch wird bei erhöhter Temperatur durchgeführt, weil dann chemische Prozesse schneller ablaufen.

Der Keiltest diente bei der oben genannten Firma zur Überwachung der Oberflächenvorbehandlung von Aluminiumblechen vor dem Kleben /4.37/. Je kürzer die Rißausbreitung während der Lagerzeit im feuchtwarmen Klima ist, um so besser ist die Qualität der Verbindung /4.35/. Offensichtlich ist auch ein Zusammenhang zwischen den im Keiltest ermittelten Ergebnissen und der Alterungsbeständigkeit von Klebverbindungen vorhanden. Eine Rißausbreitung unterhalb einer gewissen Länge soll nach /4.35/ auf eine gute Alterungsbeständigkeit hinweisen.

Da die Alterungsbeständigkeit von Klebverbindungen das zentrale Problem der Klebtechnik an Metallen ist, war es naheliegend zu prüfen, ob der Keiltest auch an Kunststoff-Metall-Klebsverbindungen mit Erfolg eingesetzt werden kann.

Die Abmessungen der geklebten Prüfkörper wurden in Anlehnung an die beim Boeing-Test verwendeten Abmaße festgelegt; allerdings konnte die Probenlänge von 152 mm nicht eingehalten werden, da nur 112 mm lange Kunststoffteile vorhanden waren. Aus diesem Grunde wurde auch ein kürzerer Keil als beim Boeing-Test ausgewählt, um in der Probe eine möglichst lange Klebfläche zu erhalten. Die Abmessungen der Prüflinge sind dem **Bild 4.8** zu entnehmen.



**Bild 4.8** Probenanordnung für den Keiltest

Bei der Beurteilung des Keiltestes an Kunststoff-Metall-Klebsverbindungen muß berücksichtigt werden, daß im Vergleich zum Keiltest an Metallklebverbindungen veränderte Gegebenheiten vorliegen. Für Untersuchungen an Metallen sind zwei Partner mit gleichen Eigenschaften aufeinandergeklebt. Beim Keiltest an

Kunststoff-Metall-Klebverbindungen treffen zwei Partner mit unterschiedlichen Steifigkeiten aufeinander. Das Kunststoffteil hat eine wesentlich geringere Steifigkeit als das Metallteil. Es wird sich daher viel stärker verformen als der metallische Partner. Dadurch könnte es zu Abschäl-effekten kommen.

Beim Kleben der Proben ist an dem Ende der Fügeteile, in das später der Keil eingetrieben wird, eine 20 mm breite PE-Folie eingelegt worden. Da an PE in unvorbehandeltem Zustand nur sehr geringe Klebfestigkeiten erzielt werden können, wird so ein definierter Anriß in die Probe eingebracht. Dieses Vorgehen hat sich im Boeing-Test als vorteilhaft erwiesen /4.36/.

Die Oberflächenvorbehandlungen der Fügeteile und die Abbindebedingungen des Klebstoffes entsprachen den bei den Zugscherproben angewendeten Bedingungen, um eine Vergleichbarkeit zu erreichen.

Der Keil wurde mit einem Schraubstock in die Probe eingedrückt. Da bei diesem primitiven Verfahren der Keil mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten eingepreßt wird, muß mit einem erhöhten Streubereich der Anfangsrißlänge gerechnet werden.

Die Proben wurden bei 60°C in einem hohen Gefäß, dessen Boden 2 cm hoch mit Wasser bedeckt war, direkt über der Wasseroberfläche 24 Stunden gelagert. Diese Lagerungsart ist gewählt worden, da kein Klimaschrank für die Versuche zur Verfügung stand und auf diese einfache Weise eine reproduzierbare hohe Luftfeuchtigkeit erzeugt werden kann.

Die Rißausbreitung ist nach 2, 4, 6 und 24 Stunden gemessen worden. Die Ablesezeiten 2, 4 und 6 Stunden wurden gewählt, weil bekannt ist /4.35/, daß während der ersten Stunden der Lagerzeit das Rißwachstum am größten ist. Nach 24 Stunden ist die Rißlänge noch einmal überprüft worden, um festzustellen, ob das Rißwachstum inzwischen beendet ist.

Beim Keiltest mit Kunststoffen treten auf Grund der Spannungsrelaxation der Kunststoffe zusätzliche Probleme auf. Die durch den Keil in das Kunststoffteil eingebrachte Belastung baut sich mit der Zeit ab. Dadurch verringert sich auch die Belastung an der Rißspitze. Die Relaxation der Kunststoffe ist von der Art des Kunststoffes abhängig. Sie nimmt mit erhöhter Temperatur zu /4.38/.

Während der Keiltest bei POM C 9021 mit gutem Erfolg eingesetzt werden konnte, war er bei PE Hostalen GUR 412 nicht durchführbar. Wegen der Relaxation des PE war die durch den Keil eingebrachte Spannung nach 24 Stunden völlig abgebaut. Der Keil konnte ohne Kraftaufwand aus der Probe herausgenommen werden.

Wenn der Keiltest an Kunststoffen mit einer verstärkten Neigung zur Relaxation durchgeführt werden soll, so ist eine Modifizierung der Prüfbedingungen notwendig. Es ist dann zu prüfen, ob eine kürzere Lagerdauer ausreichend ist, ob mit einer geringeren Temperatur gearbeitet werden kann oder ob die Probenbelastung anders als durch einen Keil aufgebracht werden kann. Denkbar wäre auch, daß die Relaxation entweder rechnerisch oder durch ein Nachschieben des Keiles berücksichtigt wird.

#### **4.4 Auswertung**

##### **4.4.1 Klebfestigkeit**

Die Auswertung der Versuche erfolgt analog zu DIN 53 283 /4.25/. Für jeden Meßpunkt werden fünf Prüflinge geklebt. Nach dem Kleben werden die Überlappungslänge  $l_{\bar{u}}$ , die Breite  $b$  der Klebschicht zwischen den beiden Fügeteilen (ohne Fügeteilversatz) und die Klebschichtdicke  $d$  gemessen. Während  $l_{\bar{u}}$  und  $b$  in die Klebfestigkeitsberechnung eingehen, dient die Klebschichtdicke  $d$  im allgemeinen nur zur Kontrolle, z.B. wenn das Bruch-

verhalten oder die Klebfestigkeit einer Probe stark abweichend sind.

Für jede Klebprobe wird die Klebfestigkeit nach der Gleichung

$$\tau = (F_{\text{Bruch}}) / (b * l_{\text{ü}})$$

ermittelt. Die Klebfestigkeiten der einzelnen Proben einer Versuchsreihe werden durch den arithmetischen Mittelwert zusammengefaßt. Dieser Wert wird in die Diagramme eingetragen und mit einem Bruchsymbol versehen. Das Symbol gibt an, welche Bruchform in dieser Versuchsreihe am häufigsten aufgetreten ist. Die einzelnen Bruchformen mit den dazugehörigen Bruchsymbolen sind in **Bild 5.1** dargestellt. Wenn in den Diagrammen Streubereiche der Meßwerte eingetragen sind, so werden sie jeweils durch den größten und kleinsten Wert begrenzt. Der Klebwulst wird bei der Berechnung nicht berücksichtigt.

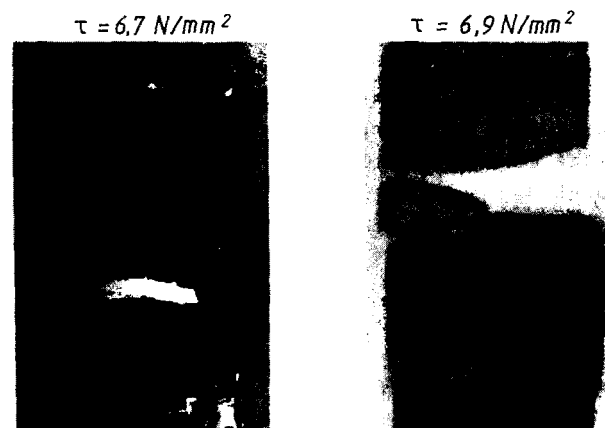
#### 4.4.2 Bruchflächenanalyse

- Im Gegensatz zu dem in DIN 16 920 vorgeschlagenen Begriff **"Trennfläche"** wird der Begriff **"Bruchfläche"** verwendet, da von der sprachlichen Logik her ein Kohäsionsbruch etc. eine Bruchfläche haben muß und keine Trennfläche .

Wenn die Tragfähigkeit einer Kunststoff-Metall-Klebverbindung optimiert werden soll, muß nach dem Bruch der Klebverbindung durch eine genaue Bruchflächenanalyse festgestellt werden, wo die Verbindung versagt hat. Nur so kann die schwächste Stelle der Verbindung gefunden und durch geeignete Maßnahmen verstärkt werden. Daß die bloße Auswertung der ermittelten Klebfestigkeiten nicht ausreicht, um eine Klebverbindung zu beurteilen, sei an einem Beispiel aufgezeigt. **Bild 4.9** zeigt die Bruchflächen von zwei gealterten POM-St-Proben, für die etwa gleiche Klebfestigkeiten ermittelt wurden. Während die bei 6,9 N/mm<sup>2</sup> gebrochene Probe im Kunststoff versagte, die Klebverbindung offen-

sichtlich also noch völlig intakt war, weist die bei  $6,7 \text{ N/mm}^2$  gebrochenen Probe eine völlig andersgeartete Bruchfläche auf. Hier zeigt ca.  $1/3$  der Klebfläche deutlich sichtbare Korrosionsspuren. Während die erste Probe noch länger halten wird, dürfte bei der zweiten relativ schnell ein völliges Unterrosten der Klebfläche und damit ein Versagen der Verbindung eintreten.

Eine genaue Bruchanalyse ist in vielen Flächen nur mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie möglich. Das gilt vor allem



**Bild 4.9** Bruchbilder von gealterten POM-Stahl-Klebverbindungen

dann, wenn sich die Bruchflächen und die Oberflächen wenig unterscheiden. Sind beide Flächen strukturiert, läßt sich mit dem bloßen Auge nicht feststellen, wo der Bruch verläuft: im Klebstoff, im Kunststofffügeteil oder im Adhäsionsbereich. Erschwert wird die Bruchflächenanalyse auch dadurch, daß Kunststoff und Klebstoff in gleichen oder ähnlichen Farbtönen vorliegen bzw. durchscheinend sind, so daß sich Reste des einen auf dem anderen kaum abheben. Dieser Effekt erschwert auch den Einsatz der Lichtmikroskopie. Außerdem kann sie, wegen der geringeren Schärfentiefe, zur Betrachtung von Bruchflächen nur bedingt eingesetzt werden.

Die Rasterelektronenmikroskopie hat sich zur Bruchflächenanalyse gut bewährt. Da sie jedoch mit einem hohen Aufwand verbunden ist, ist es nicht möglich, von jedem geprüften Teil eine genaue Bruchflächenanalyse zu machen.

Die Bruchflächenanalyse wird daher im allgemeinen mit dem bloßen Auge vorgenommen. An besonders ausgewählten Proben wird dann eine Analyse mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM) durchgeführt. Dieses Vorgehensweise hat sich als brauchbar erwiesen, zeigt jedoch oberflächennahe Adhäsionsbrüche, wie sie beispielsweise im System Aluminium-Phenolharz vorkommen, nicht auf, da sie im REM nicht mehr sichtbar sind /4.41/.

#### 4.4.3 Materialausnutzungsfaktor

Bei den hier untersuchten Kunststoff-Metall-Klebverbindungen wurde festgestellt, daß häufig der eingesetzte Kunststoff der schwächste Partner der Verbindung ist, weil in vielen Fällen die Verbindung durch einen Bruch im Kunststoffteil versagte. Das gilt vor allem dann, wenn nach einer Klebflächenvorbehandlung am Kunststoffteil eine gute Adhäsion zwischen Kunststoff und Klebstoff vorhanden ist.

Der Bruch im Kunststoffteil trat häufig bei einer Belastung ein, die weit unter der im Zugversuch ermittelten Bruchlast des Kunststoffes lag. Zur Erfassung dieses Festigkeitsverlustes wurde ein Materialausnutzungsfaktor  $M_A$  definiert. Er ist der Quotient aus der fiktiven Mittelspannung im Kunststoffteil beim Bruch der Klebverbindung und der im Zugversuch ermittelten Bruchspannung des Kunststoffes.

$$M_A = \frac{\sigma_{\text{Bruch Kunststoffteil der Klebverbindung}}}{\sigma_{\text{Bruch Kunststoffteil im Zugversuch}}}$$



Für die fiktive Mittelspannung im Kunststoffteil beim Bruch der Klebverbindung wird der Quotient aus der Bruchkraft und dem Querschnitt des Kunststoffteiles gebildet. Partielle Spannungserhöhungen im Kunststoffteil, die durch die Klebverbindung hervorgerufen werden, bleiben hierbei unberücksichtigt.

Wenn die volle Tragfähigkeit der Kunststoffteile ausgenutzt werden soll, muß durch geeignete Maßnahmen erreicht werden, daß der Materialausnutzungsfaktor eins beträgt.

Ähnliche Faktoren wurden von A. Matting /4.39/ als Ausnutzungsfaktor für Metallklebverbindungen und von G. Menges und J. Eilers /4.40/ als Klebfaktor für Kunststoffklebverbindungen definiert.

Dem Materialausnutzungsfaktor kommt bei Klebverbindungen mit Kunststoffen wegen des Bruchverhaltens der Kunststoffteile besondere Bedeutung zu. Obwohl, wie in Kapitel 6.1.1 noch gezeigt wird, der Materialausnutzungsfaktor keinen werkstoffmechanischen Zusammenhang wiedergibt, ist es trotzdem sinnvoll ihn in dieser Form zu definieren, da die Bruchspannung eine Werkstoffkenngröße ist, die häufig bei der Werkstoffauswahl mit herangezogen wird. Weiterhin kann mit dieser Materialausnutzung geprüft werden, inwieweit es sinnvoll ist, hochfeste und teure Kunststoffe in Klebverbindungen einzusetzen, wenn hohe Verbindungsfestigkeiten gefordert werden. Ein reiner Vergleich von Klebfestigkeiten hilft nicht weiter, da bei einer höheren Klebfestigkeit eine schlechtere Materialausnutzung auftreten kann.

## 5. VERSAGENSMECHANISMEN BEI KUNSTSTOFF-METALL-KLEBVERBINDUNGEN

Kleilverbindungen können durch Überschreiten der Adhäsions- bzw. Materialfestigkeit, durch Kriechvorgänge oder aufgrund von Alterung versagen. Das Versagen durch Kriechen soll in dieser Arbeit nicht untersucht werden. Die Festigkeit der Kleilverbindungen einschließlich der gealterten Klebproben wird im Zugscherversuch ermittelt. Das Prüfkriterium ist somit die im Kurzzeitversuch ermittelte Bruchlast.

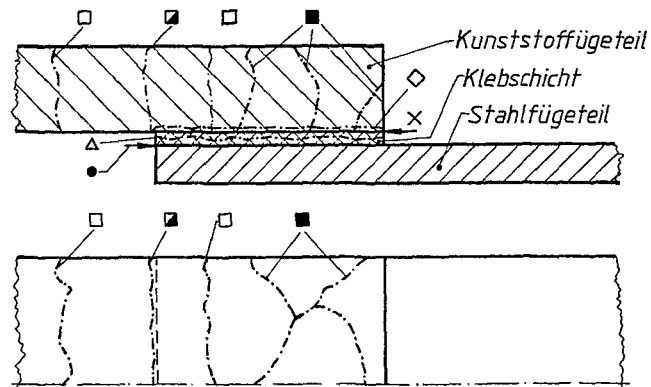
Durch die Prüfbedingungen werden in den einschnittig überlappenden Kleilverbindungen Spannungen erzeugt, die inhomogen in der Verbindung verteilt sind /5.1/. Die Spannungen wirken in einer stoffschlüssigen Verbindung, deren Komponenten Kunststoff, Metall und Klebstoff ein unterschiedliches Festigkeitsverhalten aufweisen. Außerdem haben die Adhäsionsbereiche ihre arteigenen Festigkeiten. Es muß daher untersucht werden, wie und wo die partiellen Belastungen in den Verbindungen entstehen, von welcher Art und Höhe sie sind und wie sie sich auf den jeweiligen Fügepartner auswirken, um den Versagensmechanismus zu verstehen, da die Verbindung immer dort versagt, wo die partielle Belastung die vorhandene Festigkeit übersteigt.

Bei Metallkleilverbindungen ist häufig der Klebstoff das schwächste Glied der Verbindung. Der Bruch erfolgt am oder im Klebstoff als Adhäsions- oder Kohäsionsbruch. Bei den Kunststoff-Metall-Kleilverbindungen hingegen ist häufig der Kunststoff der schwächste Partner und die Verbindung bricht im Kunststofffügeteil. In die Untersuchungen zum Versagen der Verbindung muß folglich auch das Kunststofffügeteil mit einbezogen werden.

Kunststoff-Metall-Kleilverbindungen versagen während des Zugscherversuches auf unterschiedliche Weise. Bei der Optimierung der Verbindungsfestigkeit kommt dem Versagensmechanismus besondere Bedeutung zu, da die Maßnahmen zur Verbesserung der Festigkeit auf den Versagensmechanismus abgestimmt werden müssen.

### 5.1 Brucharten von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen

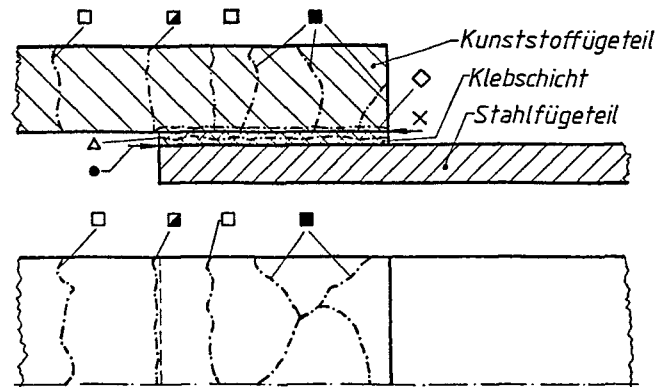
Bei Kunststoff-Metall-Klebverbindungen treten unterschiedliche Brucharten auf. In den folgenden Kapiteln werden die Brucharten erklärt und es wird im Vorgriff auf die Ergebnisse der Arbeit aufgezeigt, durch welche Maßnahme beim Vorliegen einer Bruchart die Klebfestigkeit gesteigert werden kann. Im **Bild 5.1** sind die einzelnen Brucharten schematisch dargestellt. Jede Bruchart ist mit einem speziellen Bruchsymbol versehen, das gegebenenfalls in Diagramme eingetragen werden kann. Die Bezeichnung der Brüche erfolgt in Anlehnung an DIN 16 920 /5.2/.



- × Adhäsionsbruch an der Kunststoffoberfläche
- Adhäsionsbruch an der Stahloberfläche
- △ Kohäsionsbruch des Klebstoffes
- Fügeteilbruch des Kunststoffteiles
- ▣ Fügeteilbruch am Ende der Überlappung durch das Stahlteil
- Mehrfacher Bruch im Fügebereich
- ◇ Fügeteilbruch in der Kunststoffoberfläche
- Bleibende Verformung des Kunststoffes

**Bild 5.1** Brucharten von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen

Die Bruchsymbole sind am Ende der Arbeit auf einem ausklappbarem Faltblatt noch einmal aufgeführt.



- × Adhäsionsbruch an der Kunststoffoberfläche
- Adhäsionsbruch an der Stahloberfläche
- △ Kohäsionsbruch des Klebstoffes
- Fügeteilbruch des Kunststoffteiles
- Fügeteilbruch am Ende der Überlappung durch das Stahlteil
- Mehrfacher Bruch im Fugebereich
- ◇ Fügeteilbruch in der Kunststoffoberfläche
- Bleibende Verformung des Kunststoffes

Bild 5.1 Brucharten von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen

### 5.1.1 Adhäsionsbruch

Beim Adhäsionsbruch versagt die Verbindung im Grenzbereich zwischen Fügeteil und Klebstoff. Der Klebstoff löst sich hierbei vollständig von der Fügeteiloberfläche ab. Wenn die Klebfläche glatt und eben ist, glänzt die abgelöste Klebstoffoberfläche. Diese glänzende, unbeschädigte Bruchfläche ist ein deutliches Zeichen für einen Adhäsionsbruch, **Bild 5.2**.



**Bild 5.2** Adhäsionsbruch am Kunststoff

Ist die Fügeteiloberfläche vor dem Kleben jedoch stark strukturiert, wie dies durch Oberflächenvorbehandlungen geschehen kann, so liegt bei einem Adhäsionsbruch ebenfalls eine strukturierte Oberfläche an der Klebschicht vor. In diesen Fällen kann mit dem bloßen Auge nicht mehr festgestellt werden, welche Bruchform vorliegt, da die mattierte Oberfläche auch dadurch entstanden sein kann, daß Klebstoff an der Oberfläche zurückgeblieben ist, bzw. am Klebstoff noch Teile des Kunststoffes anhaften. Die genaue Analyse muß in solchen Fällen mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM) durchgeführt werden.

Es gibt allerdings auch Kohäsionsbrüche die so nahe an der Oberfläche verlaufen, daß sie auch bei Verwendung des REM nicht als solche zu erkennen sind, sondern als Adhäsionsbrüche erscheinen. Derartige Brüche wurden im System Aluminium/Phenolharz beobachtet /5.22/. Sie lassen sich z. B. mit radioaktiv markierten Klebstoffteilen nachweisen.

Bei der Analyse mit bloßem Auge werden alle Brüche als Adhäsionsbrüche bezeichnet, bei denen die Klebschicht von der Ober-

fläche abgelöst worden ist. Liegt ein echter Adhäsionsbruch vor, so ist eine Steigerung der Klebfestigkeit durch eine geeignete Oberflächenvorbehandlung möglich. Gegebenenfalls kann auch ein Klebstoff eingesetzt werden, der zu der vorliegenden Oberfläche bessere Adhäsionseigenschaften aufweist. So wurde bei der Coronavorbehandlung von PP festgestellt, daß mit einem PUR-Klebstoff wesentlich bessere Klebfestigkeiten erreicht werden als beim Einsatz eines Epoxidharzes /5.3/. Wird dieses PP hingegen mit Chromschwefelsäure oder im Niederdruckplasma vorbehandelt, so sind die Unterschiede in der Klebfestigkeit viel geringer und mit beiden Klebstoffen werden Fügeiteilbrüche im PP erreicht.

#### 5.1.2 Kohäsionsbruch

Wenn die Verbindung in der Klebschicht versagt, liegt ein Kohäsionsbruch vor. Er wird daran deutlich, daß an beiden Fügeiteilen Klebstoff haftet, Bild 5.3. In diesen Fällen ist der Kohäsionsbruch mit dem bloßen Auge zu erkennen. Derartige Brüche sind bei den vorliegenden Versuchen nur in geringer Zahl aufgetreten.



**Bild 5.3** Kohäsionsbruch eines PUR-Klebstoffes

Es gibt jedoch, wie im Abschnitt 5.1.4 noch gezeigt wird, auch Kohäsionsbrüche, die mit dem bloßen Auge nicht erkannt werden können. Hierbei handelt es sich nicht um vollständige, sondern um partielle Kohäsionsbrüche. Diese können von anderen Oberflächenstrukturen optisch überdeckt werden.

Liegt ein Kohäsionsbruch vor, so kann durch die Verwendung eines Klebstoffes mit einer höheren Eigenfestigkeit die Klebfestigkeit gesteigert werden. Wird der Kohäsionsbruch durch die Morphologie der Oberfläche hervorgerufen, z.B. durch Mikrokerbwirkung, so kann eine andere Oberflächenvorbehandlung eine höhere Klebfestigkeit ermöglichen.

### 5.1.3 Fügeteilbruch

Wenn der verwendete Klebstoff eine gute Adhäsion zu den Fügeteilen aufweist, wozu gegebenenfalls eine Klebflächenvorbehandlung notwendig war, und eine ausreichende Eigenfestigkeit besitzt, versagen die Verbindungen im Kunststofffügeteil. Dieser Bruch kam bei den untersuchten Kunststoff-Klebstoff-Metall-Kombinationen immer dann häufig vor, wenn die Kunststoffoberfläche gut klebfähig war. Der Fügeteilbruch tritt in mehreren Formen auf. In **Bild 5.1** sind sie schematisch gezeigt.

- 1) Als Bruch im Kunststoffteil am Überlappungsende des Metallteiles auf dem Kunststoff.
- 2) Als einfacher Bruch im Kunststoff innerhalb der Klebstelle.
- 3) Als mehrfacher Bruch im Kunststoff, so daß es zu einer starken Zerstörung der Fügestelle kommt.
- 4) Als einfacher Bruch im Kunststoff außerhalb der Fügestelle.
- 5) Als Bruch in einer oberflächennahen Schicht des Kunststoffteiles, die parallel zur Klebschicht liegt.
- 6) Ein Sonderfall des Fügeteilbruches ist die plastische Verformung des Kunststoffteiles. Hier kommt es zunächst nicht zum Bruch, sondern lediglich zu einer Verformung des Kunststoffteiles. Der Bruch im Fügeteil dürfte in diesen Fällen bei einer höheren Dehnung eintreten. Da für hohe Dehnungen sehr lange Versuchszeiten benötigt werden, wird in solchen Fällen der Versuch vorzeitig abgebrochen.

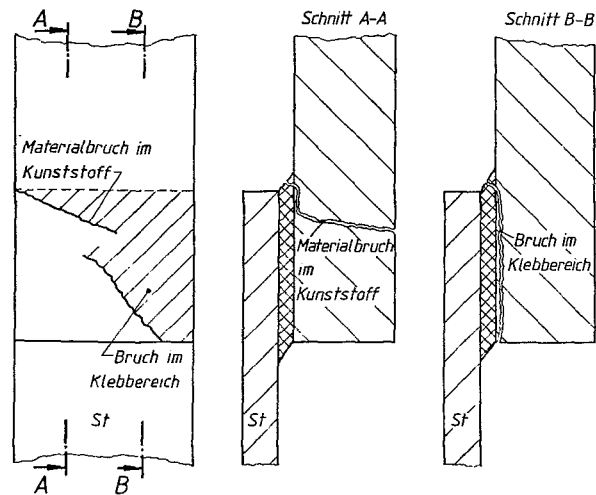
Wenn eine Kunststoff-Metall-Klebverbindung im Kunststoffteil bricht, kann die Festigkeit dadurch gesteigert werden, daß ein Klebstoff mit einem größeren Verformungsvermögen verwendet wird, dessen Festigkeit jedoch mit der des ersetzten Klebstoffes auf gleichem Niveau liegen muß. Auch durch eine Veränderung der Fügeteilgeometrie, z.B. durch eine größere Überlappungslänge, kann die Tragfähigkeit der Klebverbindung gesteigert werden. Hierbei muß jedoch beachtet werden, daß die Klebfestigkeit der Verbindung nicht mit wachsen muß, siehe Kapitel 6.2.1.

#### 5.1.4 Mischbrüche

Bei den geprüften Kunststoff-Metall-Klebverbindungen erfolgte der Bruch nicht nur in einer Bruchform, sondern es traten häufig Mischbrüche auf. Ein Mischbruch liegt dann vor, wenn mindestens zwei Bruchformen vorhanden sind. So kommt der Bruch im Kunststoffteil in der Schicht parallel zur Klebfläche häufig in Verbindung mit anderen Fügeteilbrüchen vor, wie dem Bruch des Kunststoffteiles in der Klebstelle oder dem mehrfachen Bruch im Fügebereich. Auch sind Mischungen aus Kohäsions- und Adhäsionsbrüchen zu finden, zu denen auch noch Fügeteilbrüche hinzukommen können. Mischbrüche treten besonders häufig auf, wenn an beiden Fügeteilen eine gute Adhäsion vorhanden ist.

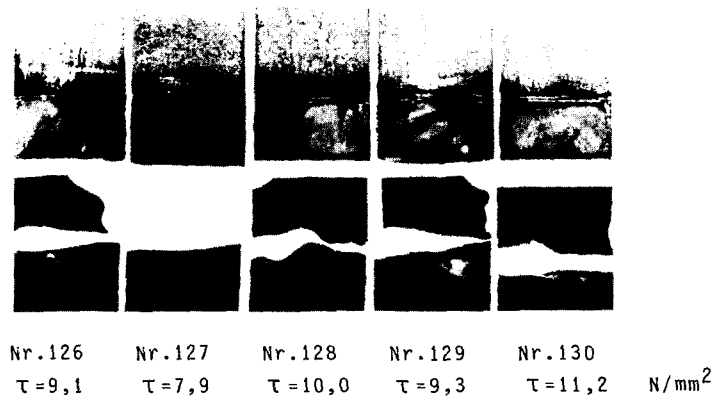
An einigen Verbindungen, die bei der Prüfung nicht vollständig zerbrochen sind, sondern bei denen die beiden Fügeteile noch durch einen Steg aus Kunststoff zusammenhängen, konnte ein gleichzeitiger Bruchverlauf von zwei unterschiedlichen Fügeteilbrüchen festgestellt werden. Den prinzipiellen Bruchverlauf zeigt **Bild 5.4**. Ausgehend vom Überlappungsende des Stahlteiles auf dem Kunststoff laufen gleichzeitig zwei Risse in das Kunststofffügeteil. Der eine Bruch läuft in einer Kunststoffschicht parallel zur Klebschicht, der andere verläuft senkrecht zur Klebfläche durch das Kunststoffteil hindurch.





**Bild 5.4** Gleichzeitiges Auftreten von zwei Brucharten im Kunststoffteil einer Kunststoff-Metall-Klebung

**Bild 5.5** zeigt Brüche, wie sie innerhalb einer Versuchsreihe von fünf Proben vorgekommen sind. Für diese Reihe ist PGM, Hostaform C 9021 M, mit Araldit AW 106 auf Stahl geklebt worden. An vier der fünf Fügeteile ist ein Mischbruch aufgetreten. Es zeigen sich drei unterschiedliche Brüche: Das Kunststoffteil der Probe Nr. 127 ist am Überlappungsende des Stahlteiles abgebrochen. Innerhalb der Versuchsreihe wurde bei dieser Bruchform die niedrigste Klebfestigkeit ermittelt. Die höchste Klebfestigkeit erreichte Probe Nr. 130. Hier ist das Kunststoffteil sowohl am Überlappungsende als auch im Klebbereich gebrochen. Beim Bruch im Klebbereich handelt es sich um einen Bruch im Kunststoff. Die restlichen drei Proben liegen sowohl in der Festigkeit als auch beim Bruchverhalten zwischen den beiden beschriebenen Proben. Das Kunststoffteil hat sich nicht vollständig vom Stahlteil gelöst, sondern es sind Teilbereiche auf dem Stahl zurückgeblieben.



**Bild 5.5** Verschiedene Brucharten in einer Versuchsreihe

Die eindeutige Zuordnung von Bruchverhalten und Festigkeit, wie sie in dieser Versuchsreihe möglich ist, ist bei anderen Versuchen nicht so deutlich. Es war daher bislang noch nicht möglich, einen Zusammenhang zwischen Bruchform und Festigkeit herzustellen. Somit kann der oben beschriebene Zusammenhang nur tendenzielle Aussagen gestatten, die sich jedoch prinzipiell auch in anderen Versuchsreihen wiederfinden lassen.

Mischbrüche können bei makroskopischer Betrachtung oft nicht erkannt werden. Erst bei einer mikroskopischen Untersuchung lassen sie sich feststellen.

**Bild 5.6** zeigt die Bruchfläche einer POM-Stahl-Klebverbindung mit Araldit AW 106. Die Stahloberfläche wurde geschmirgelt (Schleifleinen, 100er Korn), das POM nach dem Satiniervorgang gebeizt (90°C; 45 s). Mit diesen Oberflächenvorbehandlungen wurde eine maximale Klebfestigkeit erreicht.

Das Bild zeigt vier REM-Aufnahmen der Bruchfläche des POM-Teiles. Die mittlere Aufnahme gibt einen Bereich von etwa 4 mm<sup>2</sup> der Bruchfläche wieder. Deutlich zeichnen sich drei unterschiedliche Bruchstrukturen ab, die in einem Punkt zusammen-

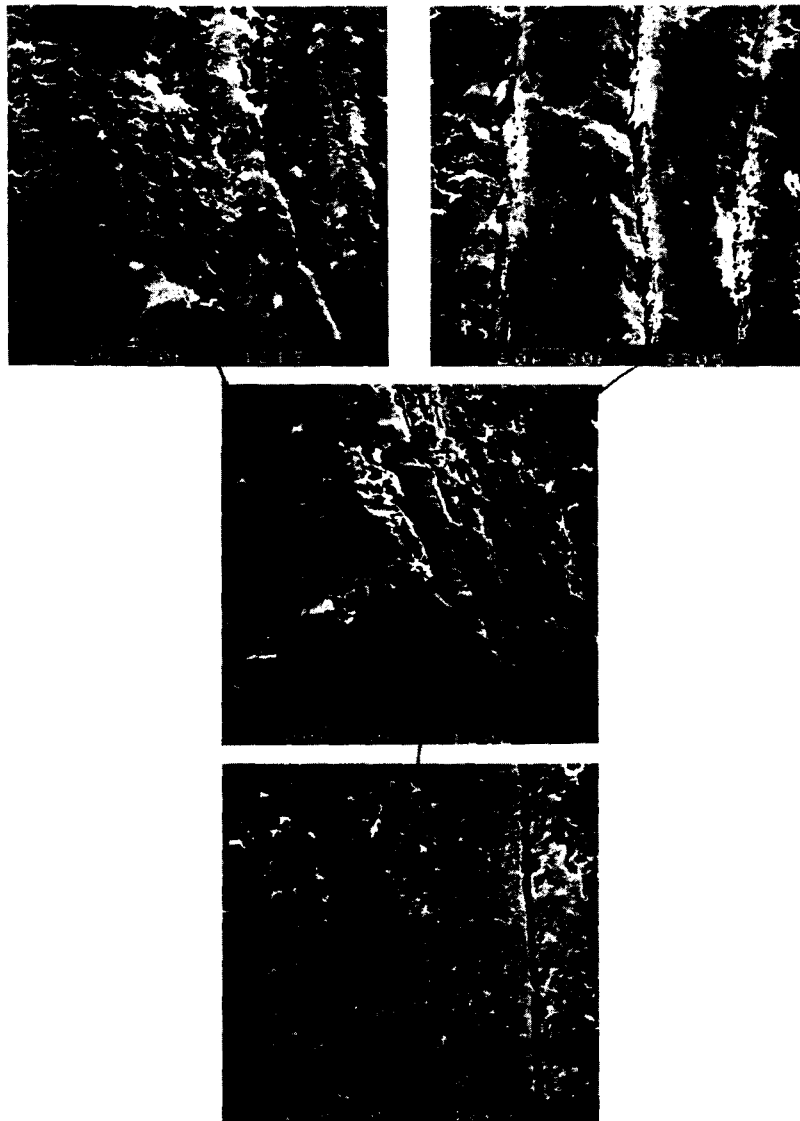


Bild 5.6 Verschiedene Brucharten am Kunststoffteil einer POM-Stahl-Klebverbindung

treffen. Zur Klärung der Bruchform wurden von allen drei Segmenten Aufnahmen mit stärkerer Vergrößerung gemacht. Diese Aufnahmen sind so um das mittlere Bild gruppiert, daß die äußeren Bilder den einzelnen Bruchbereichen zugeordnet sind.

Die oben links dargestellte Bruchfläche ist bei der Bruchflächenanalyse mit dem bloßen Auge ein Adhäsionsbruch am Stahl, auf den später noch einmal eingegangen wird. Der Adhäsionsbruch wird dadurch kenntlich, daß sich die Schmirgelriefen des Stahlteiles auf dem Klebstoff abgebildet haben.

Die untere Bruchfläche ist ein Bruch in der durch den Beizprozeß beeinflussten Kunststoffoberfläche. Das ist daran zu erkennen, daß sich die länglich spitzen Furchen der Beizstruktur, siehe Kapitel 7.2.3.1.1, im Bruch deutlich abzeichnen.

Im Bild rechts oben zeichnet sich die Beizstruktur kaum noch ab. Zwischen den drei starken "Bruchgräben" sind nur noch dünne Linien zu erkennen und nicht mehr die breiten Beizfurchen, wie in der unteren Bruchstruktur. Hieraus kann gefolgert werden, daß der Bruchverlauf sich weiter in das POM-Teil verlagert hat und jetzt nur noch das Ende der Beizfurchen anschneidet. Die drei Bruchgräben im Kunststoffteil zeigen, daß in diesen Bereichen die Festigkeit des POM überschritten worden ist.

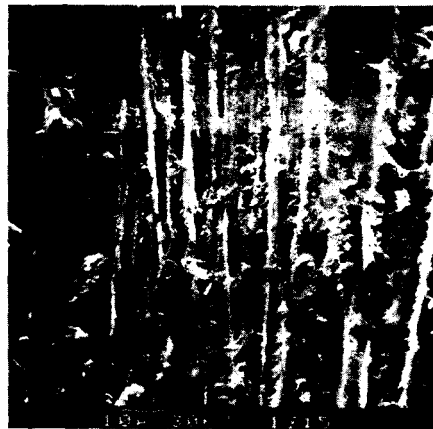
Die Bruchgräben dürften möglicherweise auf periodische Abläufe beim Bruch der Verbindung zurückzuführen sein. Ähnliche Bruchlinien wurden auch an anderen Kunststoffteilen sowie bei Schälversuchen mit Kunststofffolien festgestellt /5.19/. Hier können die Bruchlinien auf Vorgänge zurückgeführt werden, die dem Slip-Stick-Effekt ähnlich sind.

Im Bereich des Klebstoffes in der linken unteren Bildecke der Übersichtsaufnahme ist ein weiterer Mischbruch vorhanden. Es zeigt sich deutlich, daß der Klebstoff angehoben ist. Der Bruch ist hier gleichzeitig am Stahlteil und in der Beizstruktur des POM-Teiles erfolgt.

Die Beurteilung der einzelnen Bruchformen in **Bild 5.6** wurde dadurch erleichtert und bestätigt, daß die anliegende Bruchfläche des Stahlteiles in gleicher Weise untersucht worden ist. Dabei ergab sich ein weiterer Mischbruch, der im **Bild 5.6** noch nicht zu erkennen war.

Einen Teil der Bruchfläche des Stahlteiles zeigt **Bild 5.7**. Sie gehört zu dem in **Bild 5.6** gezeigten Adhäsionsbruch am Stahl. Die deutlich erkennbare Schmirgelstruktur am Stahl wird zum Teil von anhaftenden Partikeln überdeckt. Hierbei kann es sich nur um Klebstoffteile handeln, die aus der Klebschicht herausgebrochen sind. Es ist somit am Stahlteil kein reiner Adhäsionsbruch eingetreten, sondern ein Mischbruch aus Adhäsions- und Kohäsionsbruch.

Ob in den Bereichen der Stahloberfläche, die aufgrund der Betrachtung der REM-Aufnahme als Adhäsionsbrüche beurteilt



**Bild 5.7** Teil der Bruchfläche des Stahlteiles einer POM-Stahl-Klebsverbindung

wurden, doch noch Klebstoff vorhanden ist, kann nicht gesagt werden. Dazu müßten diese Bereiche mit spezifischeren Untersuchungsmethoden weiter untersucht werden.

Wodurch es zum Auftreten der Mischbrüche kommt, ist noch nicht geklärt worden. Vermutlich begünstigt der ungleichmäßige Spannungszustand in der Verbindung zusammen mit Inhomogenitäten im Kunststoff und in der Klebschicht die unterschiedlichen Bruchformen. Unter Inhomogenitäten der Klebschicht sind neben Luftblasen und ähnlichem auch Unterschiede im Aufbau der Polymerstruktur zu verstehen, die von den Fügeteiloberflächen hervorgerufen werden können.

## **5.2 Beanspruchung von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen beim Zugscherversuch**

Wird eine einschnittig überlappte Kunststoff-Metall-Klebverbindung im Zugscherversuch geprüft, so entsteht in der Klebschicht und in den Fügeteilen eine inhomogene mehrachsige Beanspruchung /5.1/. Die örtlich vorhandene Beanspruchung ist in Teilbereichen der Klebschicht wesentlich höher als die für diese Verbindung nach DIN 53 283 ermittelte Klebfestigkeit. Die Klebfestigkeit ist die fiktive mittlere Bruchfestigkeit der Verbindung. Das gleiche gilt für die Spannungen in den Fügeteilen. Auch hier treten starke Abweichungen von der fiktiven Mittelspannung auf. - Die fiktive Mittelspannung ergibt sich, indem die Bruchlast durch den Fügeteilquerschnitt geteilt wird.

Zur Spannungsverteilung in der Klebschicht und in den Fügeteilen einschnittig überlappter Metall-Klebverbindungen beim Zugscherversuch sind mehrfach Berechnungen und Untersuchungen durchgeführt worden. Neuere Arbeiten wurden von G. Otto /5.1/ und von O. Hahn und B. Wender /5.4/ veröffentlicht. Letztere gehen bei ihren Berechnungen auch auf das Kleben verschiedener

Metalle ein. Auf die angeführten Arbeiten soll im folgenden Bezug genommen werden.

Die Spannungsverteilung in der Klebschicht zeichnet sich dadurch aus, daß an den Überlappungsenden Spannungsspitzen sowohl der Normal- als auch der Schubspannung auftreten, Bild 5.8.

Bei Kunststoff-Metall-Klebverbindungen müssen an den Überlappungsenden ebenfalls Spannungsspitzen auftreten. Ihre Form und Höhe ist jedoch gegenüber den für Metallklebverbindungen ermittelten Spannungsspitzen verändert, weil sich ein Kunststoffteil in der Klebverbindung anders verformt als ein Metallteil. Dies wird bei der Betrachtung der Verformungen der Metallklebverbindungen Bild 5.9 deutlich. - Die Spannungsverteilung in Bild 5.8 und die Verformung in Bild 5.9 wurden von G. Otto /5.1/ mit dem gleichen Rechenmodell nach der Methode der Finiten Elemente ermittelt, wobei linear elastisches Verhalten der Werkstoffe vorausgesetzt wurde. - Zur Darstellung der Verformung ist die sehr hohe, fiktive Belastung von  $100 \text{ N/mm}^2$  gewählt worden, damit die Deformation der Struktur deutlich wird.

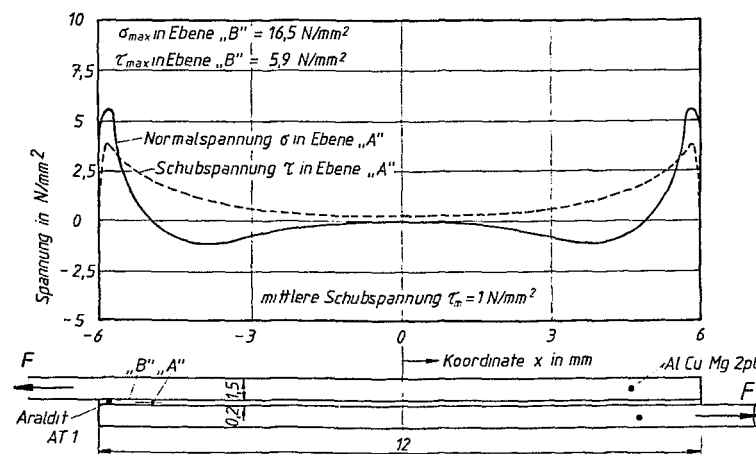
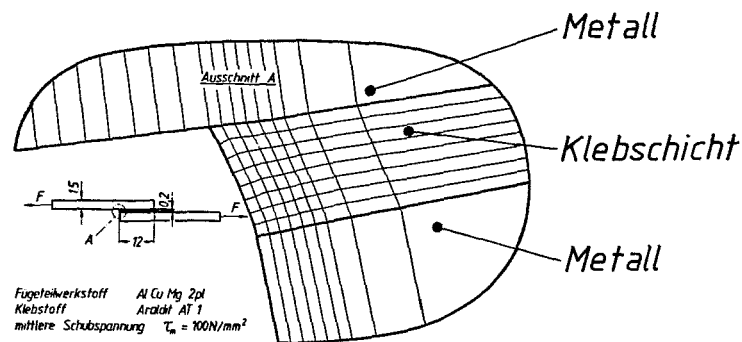


Bild 5.8 Spannungsverteilung in einer Metallklebverbindung mit gleichen Fügeteilen (nach G. Otto /5.1/)

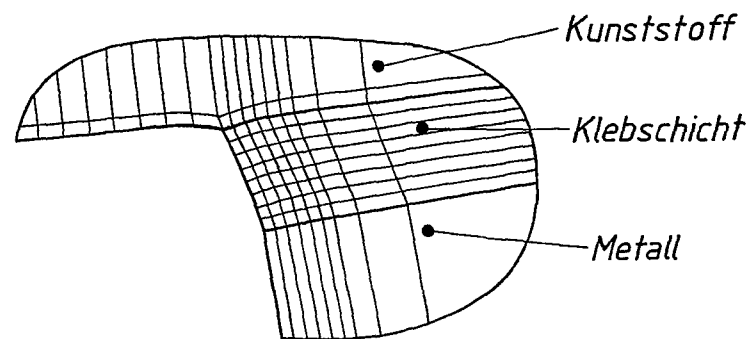
Als Verformung des Fügeteiles ist nur eine Fügeteilbiegung ermittelt worden. Beim Kunststofffügeteil hingegen führt die vorhandene Normalspannung nicht nur zu einer Fügeteilbiegung, sondern es muß auch wegen der großen Verformbarkeit der Kunststoffe zu einer Deformation der oberen Bereiche des Kunststoffteiles in Richtung der Normalspannung kommen. Die Verformung dürfte sich qualitativ, wie im **Bild 5.10** gezeigt, einstellen.



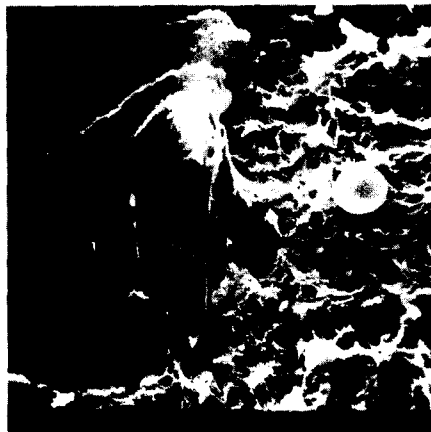
**Bild 5.9** Verformung einer Metallklebverbindung bei Belastung  
 (nach G. Otto /5.1/)

Diese Überlegung wird durch die Bruchform von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen bestätigt. Besonders bei Kunststoffen mit einer hohen Bruchdehnung führt die Normalspannung zu deutlich sichtbaren plastischen Verformungen des Kunststoffteiles. **Bild 5.11** zeigt die Bruchfläche des PE-Teiles einer PE-Stahl-Klebverbindung mit Epoxidharz. Die Verbindung versagte bei  $\tau = 10 \text{ N/mm}^2$ . Im linken oberen Viertel ist der relativ "glatt" gebrochene Klebstoff zu sehen. An ihm haftet noch PE, im linken unteren Viertel des Bildes, das von der Oberfläche aus etwa senkrecht hochgezogen ist. In der rechten Hälfte des Bildes ist die zerklüftete Oberfläche des PE-Teiles zu sehen, von der die oberste Schicht in gleicher Richtung wie der Klebstoff abgerissen ist.





**Bild 5.10** Schematische Darstellung der Verformung einer Kunststoff-Metall-Klebschicht



**Bild 5.11** Bruchfläche des PE-Teiles einer PE-Stahl-Epoxidharz-Klebschicht

Da diese Verformungen des Kunststoffteiles bei den betrachteten Spannungsberechnungen in der Klebschicht nicht berücksichtigt wurden, sind die für Metalle errechneten Spannungsverteilungen nur qualitativ, nicht jedoch quantitativ auf Kunststoff-Metall-Klebschichten zu übertragen.

Aus Bild 5.8 geht hervor, daß bei Metallklebverbindungen am Überlappungsende die maximale Normalspannung höher als die maximale Schubspannung ist. Somit müßte die Normalspannung bruchbestimmend sein. Bruchbilder von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen bestätigen, daß die Normalspannung bruchbestimmend sein kann. Dies zeigt Bild 5.11, da der Kunststoff in Richtung der Normalspannung verformt ist. Weitere Hinweise auf das Bruchverhalten geben die folgenden Bilder 5.14 - 5.16.

In Bild 5.12 sind die von O. Hahn und B. Wender /5.4/ ermittelten Vergleichsspannungen in den Fügeteilen einer Stahl-Aluminium-Klebverbindung wiedergegeben. Es wurde ein ähnliches Rechenmodell wie von Otto verwendet. Deutlich zeigen sich Spannungsmaxima im Bereich der Überlappungsenden, wobei das Spannungsniveau im Teil mit dem geringen E-Modul niedriger ist. Eine qualitativ ähnliche Spannungsverteilung dürfte auch bei Kunststoff-Metall-Klebverbindungen auftreten, wobei die oben gemachten Einschränkungen bei der Übertragbarkeit der Ergebnisse auch für diesen Fall gelten.

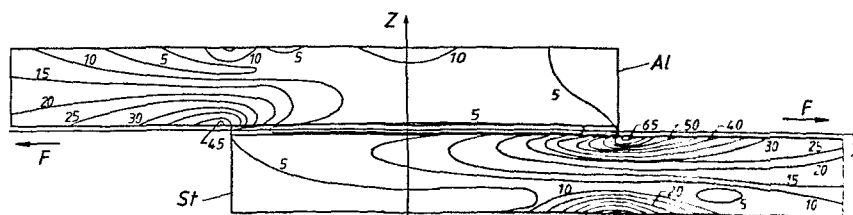


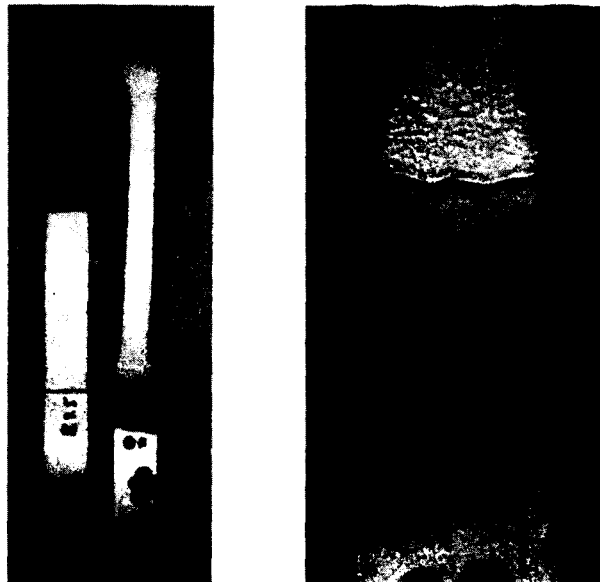
Bild 5.12 Fügeteilspannungen in Metallklebverbindungen  
(nach O. Hahn und B. Wender /5.4/)

Mit den ermittelten Vergleichsspannungen allein kann jedoch das Bruchverhalten der Fügeteile nicht erklärt werden. In die Überlegungen muß das Werkstoffverhalten mit einbezogen werden. Wie Versuche gezeigt haben, gibt es Werkstoffe, die in der Lage sind, die Spannungsspitzen im Bereich der Überlappungsenden zu ertragen, ohne daß der Bruch an dieser Stelle eintrat. Die Verbindungen versagten außerhalb des Fugebereiches im Fügeteil.

Zu diesen Werkstoffen gehört AlMg1 F10 in Stahl-Aluminium-Klebverbindungen /5.5/ und Polyethylen in PE-Stahl-Klebverbindungen.

**Bild 5.13** zeigt links eine PE-Stahl-Klebverbindung mit Epoxidharz, in der Mitte die gebrochene Verbindung und rechts die vergrößerte Bruchfläche des PE-Teiles. Das PE-Teil ist sehr stark verformt worden. Die Verbindung brach zu Beginn des Versagens auf grund der Dehnung des PE-Teiles in der Oberfläche des PE. Diese Bruchphase dauerte sehr lange. Erst nachdem so größere Bereiche der Verbindung gelöst waren, versagte der Rest der Klebung schlagartig am Stahlteil.

An PE-Stahl-Klebverbindungen mit Epoxidharz waren am PE-Teil nach dem Bruch der Verbindungen drei unterschiedliche Bruchbe-



**Bild 5.13** PE-Stahl-Klebverbindung mit Bruchbild des PE-Teiles

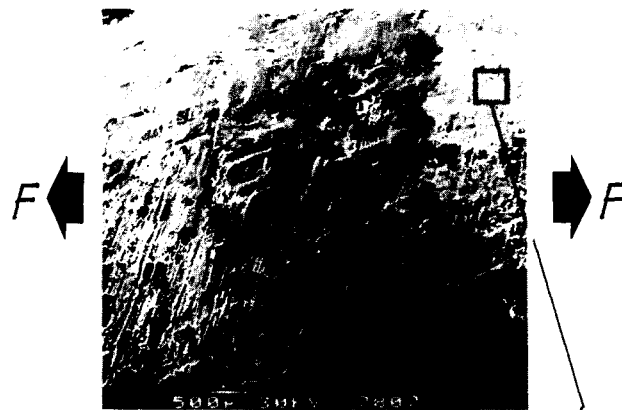


Bild 5.14 Bruchfläche des PE-Teiles einer PE-Stahl-Klebverbindung, **Übersichtsaufnahme**

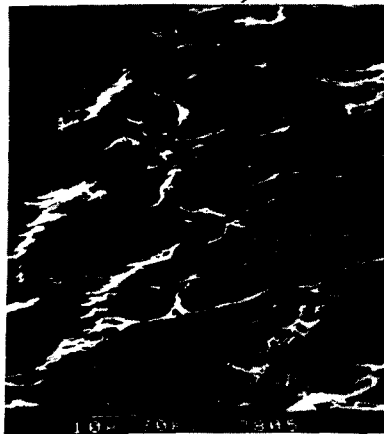


Bild 5.15 Bruchfläche einer PE-Stahl-Klebverbindung mit Epoxidharz, Schubspannungsbruch

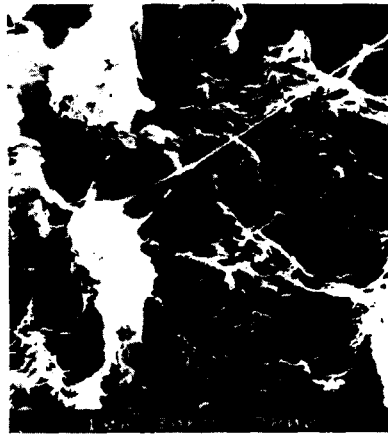


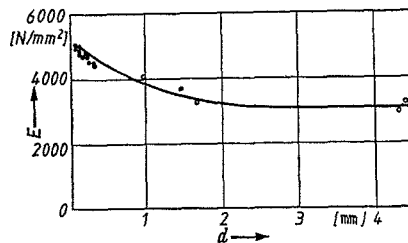
Bild 5.16 Bruchfläche einer PE-Stahl-Klebverbindung mit Epoxidharz, Normalspannungsbruch

reiche mit dem bloßen Auge zu erkennen. Bild 5.14 zeigt eine mit dem REM erstellte Übersichtsaufnahme der Bruchbereiche der Probe. Die Bruchflächenanalyse ergab, daß in allen drei Bereichen ein Materialbruch in der Oberfläche des PE-Teiles vorlag.

Die Ausformung des Bruches war jedoch unterschiedlich. Während im mittleren Bruchbereich, Bild 5.15, das PE in Richtung der Schubspannung gestreckt war, ist in den beiden Randbereichen die oberste Schicht des Kunststoffes senkrecht zur Oberfläche herausgerissen worden, Bild 5.16. Aus diesem Bruchbild läßt sich folgern, daß in den Randbereichen der Überlappung die Normalspannung, im mittleren Überlappungsbereich die Schubspannung bruchbestimmend ist. Der Bereich des Schubspannungsbruches ist jedoch beträchtlich kleiner als die Normalspannungsbruchbereiche. Hieraus ergibt sich, daß in dieser Verbindung der Bruch im wesentlichen durch die Normalspannungen bestimmt wird.

An dieser Stelle muß noch auf eine weitere Problematik bei der Berechnung von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen hingewiesen werden: G. Müller /5.6/ hat an zügig belasteten Metallklebverbindungen festgestellt, daß die Querkontraktion des Klebstoffes durch die Metallteile mit abnehmender Klebschichtdicke in zunehmendem Maße behindert wird. Dies führt dazu, daß, wie Bild 5.17 zeigt, der E-Modul einer Klebschicht mit dünner werdender Schichtdicke ansteigt. Bei dem verwendeten Klebstoff veränderte sich der Modul von  $E = 2900 \text{ N/mm}^2$  für einen aus Klebstoff gegossenen Probestab bis  $E = 5000 \text{ N/mm}^2$  für Klebschichten von 0,1 mm Dicke, wobei ab 0,2 mm Schichtdicke mit fast vollständiger Querkontraktionsbehinderung gerechnet werden kann. Deutliche Veränderungen treten bei Schichtdicken unterhalb von 2 mm auf.

Diese Aussagen gelten für die doppelseitige Verformungsbehinderung des Klebstoffes in einer Metallklebverbindung. Die Auswirkung der Verformungsbehinderung einer Seite reicht folglich etwa 1 mm weit in die Klebschicht hinein. Bei Kunststoff-Metall-Klebverbindungen haben der Kunststoff und der Klebstoff



**Bild 5.17** E-Modul einer Klebschicht in Abhängigkeit von der Klebschichtdicke  $d$  (nach G. Müller/5.6/)

oft den gleichen E-Modul. In diesen Fällen können sie, wenn der Adhäsionsbereich außer acht gelassen wird, werkstoffmechanisch als ein einziges Teil betrachtet werden. Hieraus folgt, daß bei dünnen Klebschichten ( $d = 0,2 \text{ mm}$ ) die Verformungsbehinderung des Metalls bis etwa  $0,8 \text{ mm}$  in den Kunststoff hinein reicht. Bei einer exakten Berechnung der Spannungen im Kunststoffügeteil muß folglich in den am höchsten belasteten klebschichtnahen Bereichen des Kunststoffteiles ein veränderter E-Modul berücksichtigt werden.

Da das Bruchverhalten von Kunststoff-Metall-Kleilverbindungen, wie gezeigt wurde, z.Z. rechnerisch nicht erfaßt werden kann, müssen die Einflüsse auf das Tragverhalten der Verbindungen experimentell untersucht werden.

Die Tragfähigkeit der Verbindung wird durch die Art des Spannungszustandes und durch den Betrag der Spannungen in Verbindung mit der Belastungsfähigkeit der Werkstoffe bestimmt. Die in der Zugscherprobe entstehenden Spannungen werden beeinflusst durch:

- das **Verformungsverhalten** der Fügepartner Kunststoff, Klebstoff und Metall,
- und durch die **Fügeteilgeometrie**: Überlappungslänge  $l_u$ , Fügeteildicke  $a$ , Fügeteilbreite  $b$ , Klebschichtdicke  $d$  sowie die Form der Fügeteile am Überlappungsende.

Die Probenform und das unterschiedliche Werkstoffverhalten der Fügeteile führen dazu, daß bei Belastung:

- die von Volkersen /5.21/ beschriebene **ungleichmäßige Spannungsverteilung** entsteht,
- aufgrund der außermittigen Krafteinleitung eine **Biegebeanspruchung** eintritt,
- die Formdiskontinuität zur Umlenkung des Kraftflusses und damit zu **Kerbwirkung** führt,
- die Stoffdiskontinuität eine **Verformungsbehinderung** im Kunststoffteil erzeugt.

Durch die Geometrie der einschnittig überlappten Klebverbindungen kommt es zu einer außermittigen Krafteinleitung. Das so entstehende Moment führt zu einer **Biegebeanspruchung** der Proben, wodurch die Randfasern der Teile gedehnt bzw. gestaucht werden. Diese Belastungen überlagern sich den durch die Prüflast entstehenden Zugspannungen. Während die Druckspannung entlastend wirkt, addieren sich die Biegezugspannungen zu den Zugspannungen hinzu.

Die Formdiskontinuität der Probengeometrie führt, wenn die Probe wegen des Stoffschlusses als ein Teil betrachtet wird, zu **Kerbwirkung** in den Fügeteilen. Durch die Kerbwirkung kommt es zu Veränderungen der Spannungsverteilung und des Spannungszustandes.

In einer Kunststoff-Metall-Klebverbindung sind Teile mit z.T. stark voneinander abweichenden E-Moduli stoffschlüssig miteinander verbunden. Die stoffliche Diskontinuität führt zu einer **Verformungsbehinderung** des Kunststoffes durch das Metallteil. Aufgrund der Stoffdiskontinuität kommt es, wie bei der Kerbwirkung, zu Veränderungen der Spannungsverteilung und des Spannungszustandes.

Während die von Volkersen beschriebene ungleichmäßige Spannungsverteilung, die Biegebeanspruchung, die Kerbwirkung und

die Verformungsbehinderung den Spannungszustand und die Spannungsverteilung qualitativ beeinflussen, bestimmen die Parameter Fügeteilgeometrie und Verformungsverhalten die Höhe der Belastung. Die Auswirkung einer Kerbe (Formdiskontinuität) und einer Verformungsbehinderung (Stoffdiskontinuität) sind in ihrer Wirkung auf Spannungen tendenziell gleich /5.20/. Beide führen zu einer ungleichmäßigen Spannungsverteilung mit Spannungsspitzen. Außerdem wird aus einem einachsigen Spannungszustand ein mehrachsiger.

Der Einfluß der Biegung, der Kerbwirkung und der Verformungsbehinderung auf die Klebfestigkeit soll in den folgenden Kapiteln analysiert und experimentell näher untersucht werden. Dabei muß berücksichtigt werden, daß sich die Auswirkungen der oben aufgeführten Einflußgrößen gegenseitig verstärken können.

### 5.2.1 Fügeteilbiegung

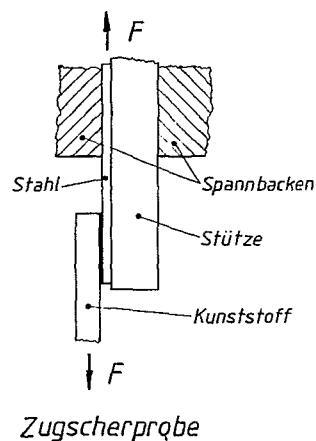
Die außermittige Einspannung der überlappt geklebten Fügeteile führt dazu, daß beim Aufbringen der Prüflast ein Biegemoment entsteht. Dieses Moment muß in der Klebstelle von dem einen Fügeteil auf das andere übergeleitet werden.

Auf Grund des Momentes biegen sich die Fügeteile. Dies führt zu folgenden Belastungen in den Klebverbindungen:

1. Durch die Biegung kommt es zu Abschäl-effekten an den Überlappungsenden.
2. Durch die Biegung wird der Spannungszustand in der klebschichtnahen Randzone der Fügeteile erhöht, da die Randzonen gedehnt werden. Die Biegespannung addiert sich der Lastspannung hinzu.



Bei Schälversuchen kommt es häufig zur Trennung im Adhäsionsbereich zwischen Klebstoff und dem Fügeteil mit dem kleineren Biegeradius. Ein derartiger Effekt wurde bei den Untersuchungen jedoch nicht beobachtet. Es kann daher gefolgert werden, daß bei den gewählten Prüfbedingungen die Schälwirkung von untergeordneter Bedeutung ist.



**Bild 5.18** Anordnung für den **biegefreien** Zugscherversuch

Um den Einfluß der Fügeteilbiegung auf die Klebfestigkeit zu ermitteln, ist ein sogenannter biegefreier Zugscherversuch mit POM-Stahl-Araldit AW 106-Verbindungen durchgeführt worden. Dazu wurden die Metallteile, gemäß Bild 5.18, gestützt, so daß sie sich nicht biegen konnten. Das Ergebnis des Versuchs zeigt Bild 5.19. Die mittlere Klebfestigkeit liegt bei  $\approx 4,9 \text{ N/mm}^2$ . Die Brüche erfolgten so, daß der Klebstoff und Teile des POM am Stahlteil haften bleiben. Das Bruchaussehen legt nahe, daß es sich hier überwiegend um Adhäsionsbrüche am Kunststoff handelt. Hierfür spricht auch die geringe Klebfestigkeit. Da jedoch Brüche im Fügeteil, wie sie die Teile 5.1 und 5.2 aufweisen, nicht in Verbindung mit Adhäsionsbrüchen auftreten, handelt es sich auch beim Bruch der Probe 5.3 um einen Bruch im Fügeteil, nämlich um einen Bruch in der Oberfläche des Kunststoffteiles.

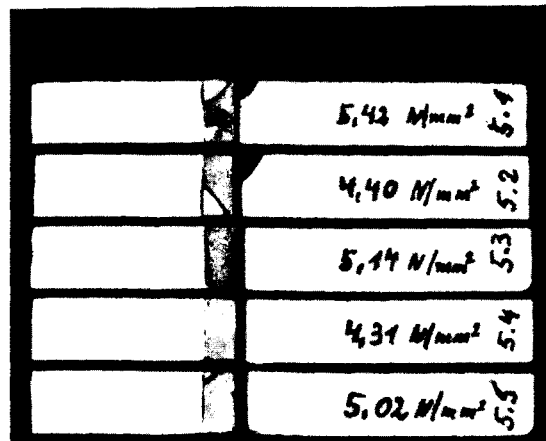


Bild 5.19 Bruchformen und Klebfestigkeiten beim biegefreien Zugscherversuch

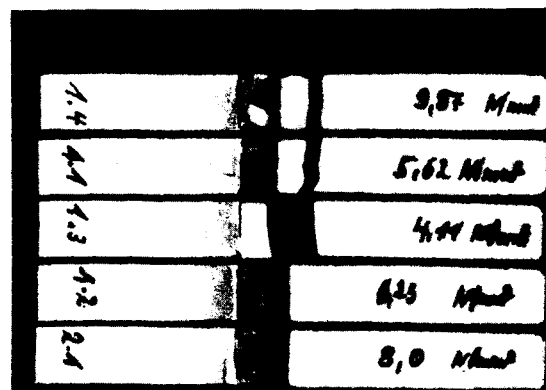


Bild 5.20 Bruchformen und Klebfestigkeiten beim Zugscherversuch

Die niedrige Klebfestigkeit muß folglich auf die Versuchsbedingungen zurückgeführt werden.

Unter gleichen Bedingungen wie bei den eben besprochenen Proben sind fünf weitere Proben geklebt und im Zugscherversuch geprüft worden. Die gebrochenen Proben zeigt **Bild 5.20**. Die Bruchform ist den Brüchen in **Bild 5.19** ähnlich, die ermittelte Klebfestigkeit liegt jedoch auf einem höheren Niveau. Im biegefreien Zugscherversuch wurden  $\tau = 4,9 \text{ N/mm}^2$ , im Zugscherversuch mit Biegung  $\tau = 6,8 \text{ N/mm}^2$  ermittelt. Die Biegung der Fügeteile führt zu einer Erhöhung der ertragbaren Spannungen um  $1,9 \text{ N/mm}^2$ . Das sind, bezogen auf  $\tau = 4,9 \text{ N/mm}^2$ , ca. 40%.

Das insgesamt niedrige Festigkeitsniveau in beiden Versuchsreihen beruht auf den dünnen Klebschichten.

Das Ergebnis, daß im "biegefreien" Zugscherversuch geringere Festigkeiten als im Zugscherversuch mit Biegung erreicht werden, überrascht zunächst. Da im "biegefreien" Zugscherversuch keine Dehnung der Randfasern des Kunststoffteiles auftritt, und somit hierdurch keine zusätzliche Belastung entsteht, sollte hier die höhere Festigkeit zu erwarten sein. Die durch die Stützung des Stahlteiles behinderte Verformung des Kunststoffteiles dürfte sich jedoch nachteilig auf die übertragbare Last auswirken.

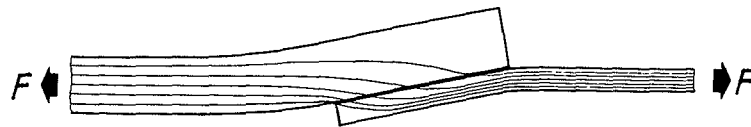
Durch die Prüfanordnung wird zwar die Verformung der Probe behindert, das Biegemoment mit der Belastung der Randzonen ist jedoch weiterhin vorhanden und muß übertragen werden. Die Biegung des Kunststoffteiles führt dazu, daß durch Stützwirkung geringer belasteter Bereiche des Teiles an der Kraftübertragung beteiligt werden können. Wird die Biegung behindert, so vermindert sich die Stützwirkung, was sich nachteilig auf die übertragbare Last auswirken dürfte.

Es ist allerdings auch denkbar, daß sich die Probe so verformt, daß durch eine Veränderung des Hebelarmes das Moment nicht proportional sondern unterproportional ansteigt. Da sich jedoch bei anderen Versuchsbedingungen ebenfalls zeigt, daß biegemomentbehaftete Kunststoff-Metall-Klebeverbindungen, die sich bie-

gen können, höhere Belastungen ertragen als "biegefreie" Verbindungen, siehe **Bild 5.33 und 5.34**, dürfte diese Erklärung jedoch weniger wahrscheinlich sein.

### 5.2.2 Kerbwirkung

Beim Zugscherversuch einschnittig überlappter Klebverbindungen wird der Kraftfluß in der Klebprobe im Bereich der Überlappung zweimal umgelenkt. Den prinzipiellen Verlauf des Kraftflusses zeigt **Bild 5.21**.



**Bild 5.21** Prinzipieller Verlauf des Kraftflusses in einer Zugscherverschweißung

Einflüsse, die den geradlinigen Kraftfluß in einem Bauteil stören, faßt man unter dem Begriff "Kerbwirkung" zusammen /5.7/. Die Belastung einer geklebten Zugscherverschweißung kann folglich als Kerbproblem betrachtet werden.

Eine Kerbe beeinflusst nicht nur die Spannungsverteilung in einem Bauteil, sondern auch den Spannungszustand. So wird aus dem einachsigen Spannungszustand eines Zugstabes durch das Anbringen einer Ringkerbe ein dreiachsiger Spannungszustand /5.8/. Es zeigt sich, daß Kerben örtlich zu einer beträchtlich höheren Beanspruchung im Bauteil führen.

Die Spannungsspitze der inhomogenen Spannungsverteilung stellt sich an oder in der Nähe der Kerbe ein. Im betrachteten Falle ist die Querschnittsveränderung durch das aufgeklebte Fügeteil die Kerbe. Die Höhe der Spannungsspitze im Verhältnis zur Nennspannung läßt sich durch die Formziffer  $\alpha_k$  ermitteln. Sie erfaßt unabhängig vom Werkstoff den geometrischen Einfluß der Bauform auf die Spannungserhöhung /5.9/.

Durch die Kraftflußumlenkung entsteht die Kerbwirkung sowohl im Kunststoff- als auch im Metallteil. Wegen der geringeren Festigkeit der Kunststofffügeteile kommt der Kerbwirkung hier die größere Bedeutung zu. Die folgenden Überlegungen befassen sich daher nur mit dem Kunststofffügeteil.

Zur Abschätzung der Kerbwirkung muß die Formziffer  $\alpha_k$  ermittelt werden. Die Formziffern gelten für linear elastisches Werkstoffverhalten. Kunststoffe weisen dieses Verhalten nicht auf, sondern zeigen ein recht komplexes Verformungsverhalten /5.11/. Trotzdem soll in erster Näherung der Kerbwirkungseinfluß mit Hilfe von  $\alpha_k$  abgeschätzt werden. Dies ist zulässig, weil Festigkeitsverluste, die möglicherweise auf Kerbwirkung beruhen, in starkem Maße nur bei höherfesten Kunststoffen festgestellt worden sind. Für diese gilt, wie Bild 5.28 am Beispiel von POM zeigt, daß sich die mittlere Dehnung des Kunststoffteiles bis zum Klebverbindungsbruch noch weitgehend im Bereich des linearen Anstieges des Spannungs-Dehnungs-Verlaufes befindet. Außerdem befindet sich die Kerbe im Bereich der Verformungsbehinderung des Kunststoffteiles, siehe Kapitel 5.2.3, so daß auch aus diesem Grund mit geringen Dehnungen gerechnet werden kann.

Zur Bestimmung von  $\alpha_k$  gibt es für die vorliegende Probengeometrie in der Literatur zur Betriebsfestigkeit von Bauteilen kein einfaches Verfahren. Da eine exakte Bestimmung von  $\alpha_k$  mit aufwendigen Verfahren für eine Abschätzung nicht notwendig ist, werden Vereinfachungen getroffen. Dadurch entsteht das in Bild

5.22 gezeigte Teil, für das  $\alpha_k$  in einem einfachen Verfahren bestimmt werden kann. Weiterhin wird davon ausgegangen, daß das geklebte Teil aus einem homogenen Werkstoff besteht, d.h. das unterschiedliche Verformungsverhalten der Fügeteile und des Klebstoffes wird vernachlässigt. Der Radius im Kerbgrund wird mit  $\rho = 0,5$  mm angesetzt.

Für die Bestimmung von  $\alpha_k$  stehen von verschiedenen Autoren mehrere Ansätze zur Verfügung.  $\alpha_k$  wird mit Hilfe der in VDI Richtlinie 2226 /5.10/ angegebenen Diagramme ermittelt.

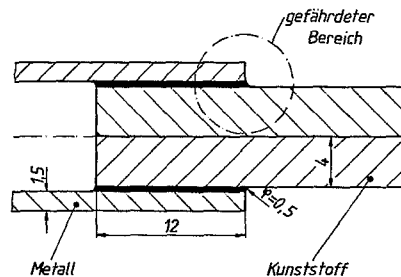


Bild 5.22 Bauteil zur Ermittlung von  $\alpha_k$

Als Formzahl ergibt sich  $\alpha_k = 2,5$ . Die Spannungsspitze an der Kerbe ist gegenüber der Nennspannung um den Faktor 2,5 erhöht. Wie sich dies auf das Fügeteil auswirkt, hängt vom Werkstoff ab. Während für den gegebenen Belastungsfall bei zähen Werkstoffen die Wirkung der Formzahl vernachlässigt werden kann, muß sie bei spröden, kerbempfindlichen Werkstoffen voll in Rechnung gestellt werden /5.12/.

Die Kerbempfindlichkeit eines Bauteiles hängt nicht nur von der Bauteilgeometrie und dem Werkstoff, sondern auch von der Art der Belastung /5.12/, und bei Kunststoffen zusätzlich noch von der Belastungsgeschwindigkeit /5.13/ ab. Bei Kunststoffen muß mit beträchtlichen Festigkeitsverlusten durch Kerbwirkung gerechnet werden /5.13/.

Die Kerbempfindlichkeit von Bauteilen wird wegen der vielen Einflußfaktoren im Versuch ermittelt. Während für die Stähle schon sehr viele Werte vorliegen, ist die Kerbempfindlichkeit der Kunststoffe noch weitgehend unbekannt. Zur Zeit sind weder in der Literatur noch in den Prospekten der Kunststoffhersteller Materialkennwerte vorhanden, die es ermöglichen, die Auswirkung der Formziffer  $\alpha_k$  auf die eingesetzten Kunststoffe zu ermitteln. Die Kerbempfindlichkeit der Kunststoffe wird derzeit häufig mit der Schlagprüfung an gekerbten Proben untersucht /5.14/. Derartige Materialkennwerte können den Prospekten der Kunststoffhersteller entnommen werden.

Für die eigenen Versuchen konnte jedoch kein Zusammenhang zwischen der vom Kunststoffhersteller angegebenen Kerbschlagzähigkeit und dem Festigkeitsverlust der Kunststoffe in den Klebverbindungen festgestellt werden. Dies dürfte u.a. an dem durch die Kerbe veränderten Bruchausgangsbereich liegen. Während der Bruchbeginn bei der Klebprobe von der Kunststoffoberfläche ausgeht, liegt bei der gekerbten Probe der Bruchanfang im Inneren der Probe. Die Oberfläche eines Kunststoffteiles unterscheidet sich, vor allem bei spritzgegossenen Teilen, sehr stark von dem Inneren des Teiles. An der Kunststoffoberfläche sind in beträchtlichem Maße Orientierungen vorhanden, die die Kerbempfindlichkeit beeinflussen. Das macht sich in hohen Variationskoeffizienten bei der Schlagprüfung von ungekerbten thermoplastischen Kunststoffen bemerkbar. Dies gilt besonders für spritzgegossene Probekörper /5.14/. Es wird also an einer gekerbten Kunststoffprobe eine Kerbempfindlichkeit gemessen, die zu der für Klebproben maßgebenden Kerbempfindlichkeit der Oberfläche nicht ohne weiteres in Beziehung zu setzen ist.

Bezüglich der Kerbempfindlichkeit der Werkstoffe kann jedoch im allgemeinen festgestellt werden, daß mit zunehmender Bruchfestigkeit des Werkstoffes die Kerbempfindlichkeit wächst /5.15/.

Trotz der geschilderten Probleme bei der Kerbempfindlichkeit von Kunststoffen trägt die ermittelte Formzahl  $\alpha_k = 2,5$  zur

Klärung des Festigkeitsverlustes der Kunststoffteile in der Klebverbindung bei. Da  $\alpha_k$  einen relativ hohen Wert hat, müßte durch eine veränderte Probengeometrie und damit durch ein verändertes  $\alpha_k$  der Kerbwirkungseinfluß qualitativ bestimmbar sein.

Um den Einfluß der durch die Fügeteilgeometrie entstehenden Kerbwirkung auf die Klebfestigkeit zu klären, wurde das Stahlteil am Überlappungsende schrittweise immer mehr zugespitzt. Die einzelnen Schritte zeigt Bild 5.23. Durch diese Variation änderte sich sowohl der Kerbwirkungsfaktor als auch die Verformbarkeit der Spitze des Stahlteiles. Während für das rechtwinklig abschließende Stahlteil ein Kerbwirkungsfaktor von  $\alpha_k = 2,5$  ermittelt wurde, muß  $\alpha_k$  mit zunehmender Anschrägung immer kleiner werden; d.h. die Kerbwirkung nimmt ab.

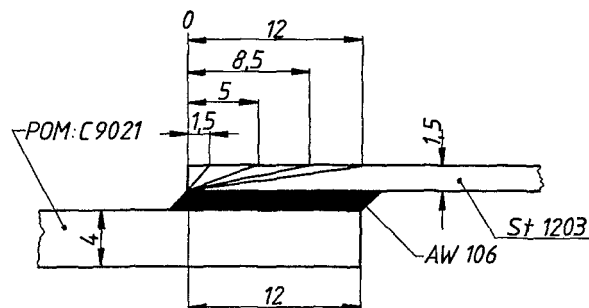


Bild 5.23 Schrittweises Anspitzen des Stahlteiles

In Bild 5.24 ist das Ergebnis dieses Versuches dargestellt. Es stellt sich heraus, daß die Klebfestigkeit durch das Anschrägen des Stahlfügeteiles nicht beeinflußt wird. Die ermittelten Festigkeiten der einzelnen Versuchsreihen liegen etwa auf gleichem Niveau innerhalb eines Streubandes. Ergänzend muß hinzugefügt werden, daß bei allen Reihen mit sehr dünnen Klebschichten gearbeitet worden ist. Dies erklärt, daß in dieser Versuchsreihe auch beim nicht angeschrägten Teil eine geringere Klebfestigkeit als in vielen anderen Versuchsreihen ermittelt





Die Auswirkungen des Klebwulstes bei Kunststoff-Metall-Kleverbindingen auf die Klebfestigkeit konnten bisher noch nicht genau ermittelt werden. Es hat sich lediglich beim Vergleich von verschiedenen Untersuchungsreihen an POM-Stahl-Kleverbindingen gezeigt, daß dickere Klebschichten mit stark ausgeprägten Klebwulsten zu höheren Festigkeiten führten als dünne Klebfugen ohne Wulst /5.16/.

O. Hahn und B. Wender /5.4/ kommen bei ihren Berechnungen zu dem Ergebnis, daß die Schubspannung in der Klebschicht von Aluminiumkleverbindingen durch den Klebwulst beeinflußt werden kann. Ein Klebwulst in der Stärke des geklebten Bleches senkt die maximale Schubspannung gegenüber einer Verbindung ohne Wulst um 57 %. Dies deckt sich tendenziell mit den oben beschriebenen Beobachtungen. Allerdings konnten keine derart großen Unterschiede in der Klebfestigkeit festgestellt werden.

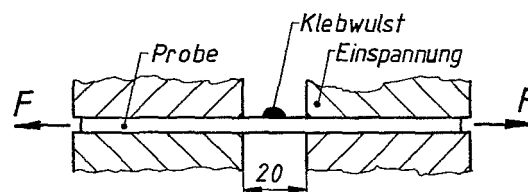
Eine Untersuchung zum Einfluß des Klebwulstes und der Form des Stahlteiles am Überlappungsende auf die Festigkeit von Stahl-CFK-Kleverbindingen ergab, daß durch unterschiedliche Gegebenheiten am Überlappungsende das Bruchverhalten der Verbindung und ihre Tragfähigkeit beeinflußt werden können /5.17/. Wegen der verwendeten dicken Klebschichten von  $d = 1 \text{ mm}$  können die Ergebnisse jedoch nur bedingt übertragen werden.

Bei PS-Stahl-Kleverbindingen mit Epoxidharz AW 106 wurde weiterhin festgestellt, daß hier der Fügeteilbruch am ausgeprägten Klebstoffwulst entlanglief, **Bild 6.24** in Kapitel 6.2.3.3.

Zur Klärung der Beeinflussung des Bruchverhaltens durch den Klebwulst ist der im folgenden beschriebenen Versuch durchgeführt worden. Auf Kunststoffteile aus:

POM (Hostaform C 9021),  
PS (Hostyren S 6600),  
ABS (Terluran KR 2802/2) und  
PC GV (Makrolon 8030)

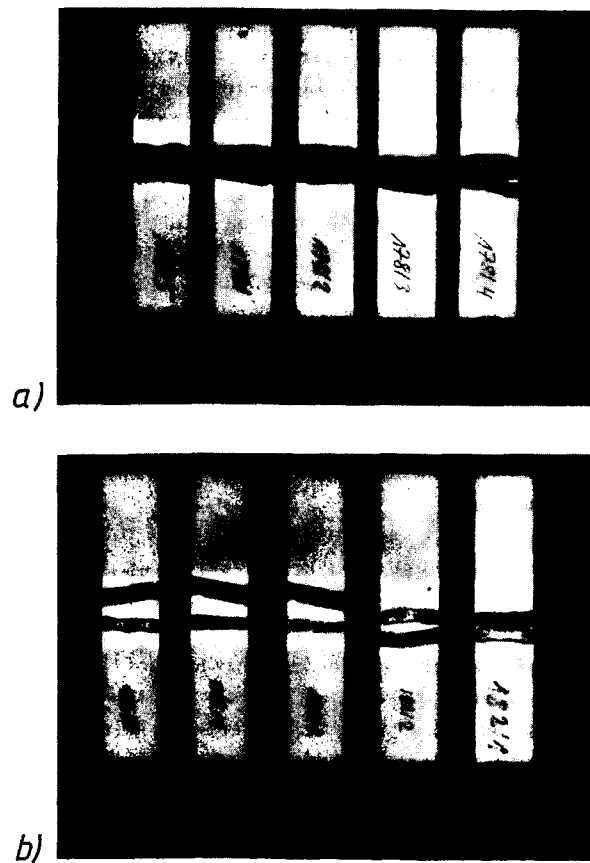
wurden Klebstofffraupen aus dem verformungsfähigeren Klebstoff Tegocoll PUR 636 und dem spröderen Klebstoff Araldit AW 106 quer zur Probenlängsachse aufgebracht. Die Oberflächenvorbehandlung der Kunststoffe und die Abbindebedingungen der Klebstoffe waren die gleichen, wie sie bei den Klebverbindungen angewendet wurden. Anschließend erfolgte mit einer Zugprüfmaschine die Belastung der Proben bis zum Bruch. Die Prüfanordnung zeigt das Bild 5.25.



**Bild 5.25** Prüfanordnung zur Ermittlung des Einflusses eines Klebwulstes

Bei POM, ABS und PC GV wurde das Bruchverhalten durch die Klebstofffraupen nicht beeinflusst, alle Proben brachen an der Einspannstelle ab. Änderungen im Bruchverhalten traten beim PS auf. Während beim spröderen Epoxidharzklebstoff der Bruch des Kunststoffteiles entlang des aufgetragenen Klebstoffwulstes verlief, **Bild 5.26**, ging beim flexibleren Polyurethanklebstoff der Bruch von den Einspannbacken aus. Die Bruchspannung lag bei beiden Klebstoffen etwa auf dem gleichen Niveau. Die Festigkeit des Kunststoffes wird durch den Klebwulst also nur gering beeinträchtigt. Größere Unterschiede ergaben sich jedoch bei der Bruchdehnung. Hier wiesen die PS-Teile mit dem PUR-Klebwulst eine Bruchdehnung auf, die bis zu dreimal so groß war wie die Bruchdehnung der Teile mit dem Epoxidharz-Wulst. Offensichtlich ist die Kerbwirkung durch den Epoxidharzwulst für den Bruchverlauf am Klebwulst verantwortlich.

Aus dem Versuch folgt, daß bei kerbempfindlichen Kunststoffen der Bruchverlauf im Kunststoffteil durch den Klebwulst eines relativ spröden Klebstoffes beeinflusst werden kann.



**Bild 5.26** Bruchverlauf an PS-Teilen mit Klebwulst  
 a) Araldit AW 106  
 b) Tegocoll PUR 636

Die Auswirkungen eines Klebwulstes auf ein Kunststofffügeteil hängen von den Eigenschaften des Kunststoffes selbst, sowie von der Größe und Form des Wulstes und der Verformungsfähigkeit des Klebstoffes ab. Bei der Wulstform kommt es vor allem auf die Ausbildung des Überganges Wulst-Fügeteil an.

### 5.2.3 Verformungsbehinderung des Kunststoffteiles

Kunststoffe und Metalle haben ein sehr stark voneinander abweichendes Verformungsverhalten. Der Elastizitätsmodul (E-Modul) der Metalle ist um den Faktor 100 größer als der E-Modul der Kunststoffe /5.18/, d.h. bei gleichem Querschnitt und gleicher Last ist die Dehnung eines Kunststoffes einhundertmal größer als die Dehnung eines Metalls.

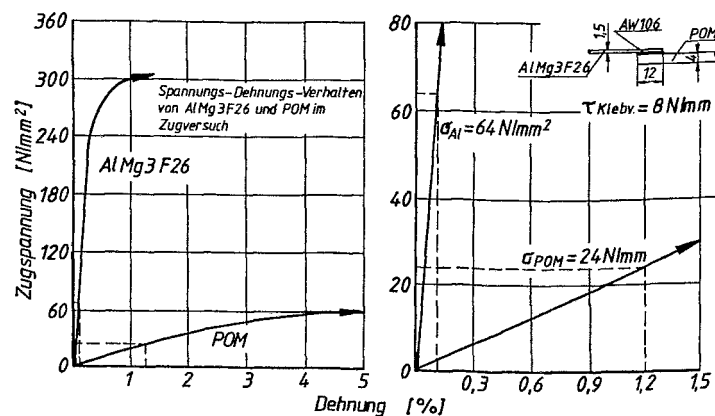
In einer Klebverbindung sind Kunststoffe und Metalle durch den Klebstoff fest miteinander verbunden. Sie können sich daher bei einer Belastung nicht mehr so verformen, wie es ihrem Spannungs-Dehnungs-Verhalten entspricht, sondern sie beeinflussen einander. Während das Metall mit dem größeren E-Modul die Verformung des Kunststoffes behindert, geht vom Kunststoffteil mit dem geringeren E-Modul eine verformungsverstärkende Wirkung auf das Metallteil aus. Dieser Effekt der behinderten bzw. verstärkten Verformung tritt nicht nur in Lasterichtung auf. Wegen der unterschiedlichen Querkontraktionen kommt es auch in dieser Richtung zur Verformungsbehinderung bzw. -verstärkung.

Bei der gegebenen Geometrie der Klebverbindungen ist das Metallteil wesentlich höher belastbar als das Kunststoffteil. Dies wird auch daran deutlich, daß bei keinem der Versuche ein Bruch im Metallteil aufgetreten ist. Daher werden die Auswirkung auf die Tragfähigkeit der Metallteile nicht untersucht. Die folgenden Betrachtungen beschränken sich auf die Verformungsbehinderung im Kunststoff.

Verformungsbehinderungen erzeugen im Bauteil bei Belastung zusätzliche Spannungen. "Diese Spannungen können recht beträchtliche Werte annehmen und eine nicht unerhebliche Wirkung auf die Haltbarkeit oder Steifigkeit einer Konstruktion ausüben." /5.9/

Für eine Aluminium-POM-Klebverbindung soll die Verformungsbehinderung erläutert werden. In Bild 5.27 ist für die Fügeteil-

werkstoffe AlMg3 F26 und POM C 9021 das Spannungs-Dehnungs-Verhalten aufgezeigt. Beim POM wurde wegen der hohen Bruchdehnung auf die Gesamtdarstellung der Kurve verzichtet. Gestrichelt sind die fiktiven Mittelspannungen und die mittleren Dehnungen eingezeichnet, die in den Fügeteilen herrschen, wenn die oben rechts skizzierte Klebverbindung eine Klebfestigkeit von  $\tau = 8 \text{ N/mm}^2$  aufweist. Bei dieser Spannung kommt es häufig zum Bruch im POM-Fügeteil.

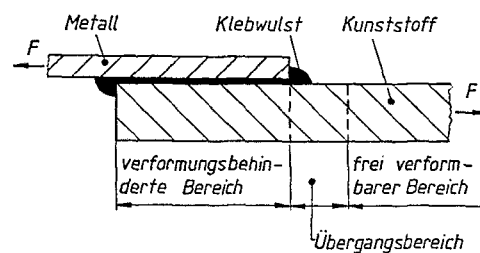


**Bild 5.27** Darstellung der Spannungen in den Fügeteilen und der Verformungsbehinderung des POM beim Bruch einer POM-AlMg3 F26-Klebverbindung

Um die Verformungsbehinderung deutlich zu zeigen, ist der Anfang des Spannungs-Dehnungs-Verlaufes im rechten Teil des Bildes noch einmal vergrößert dargestellt. Bei einer Klebfestigkeit von  $\tau = 8 \text{ N/mm}^2$  ist im Aluminiumteil eine lineare Spannung von  $\sigma = 64 \text{ N/mm}^2$  und im POM-Teil von  $\sigma = 24 \text{ N/mm}^2$  vorhanden. Bei diesen Spannungen dehnt sich bei freier Dehnung das Aluminiumteil um 0,1% und das POM-Teil um 1,2 %. Da der Kunststoff durch den Klebstoff mit dem Aluminium relativ fest verbunden ist, entsteht im Bereich der Überlappung im POM-Teil eine

Verformungsbehinderung. Sie ist dort am größten, wo im POM-Teil noch die gesamte Spannung vorhanden ist und das Aluminiumteil nur eine geringe Belastung hat, also auch nur eine geringe Dehnung aufweist. Das ist am Beginn der Überlappung des Aluminiums auf dem Kunststoff der Fall. Die Verformungsbehinderung tritt hier nicht nur in Längsrichtung des Kunststoffteiles auf, sondern auch in der Breite des Fügeteiles, da auch die Querkontraktion behindert wird.

In ausreichender Entfernung vom Ende der Überlappung ist das POM-Teil wieder frei verformbar und gehorcht in diesem Bereich seinem Spannungs-Dehnungs-Gesetz. Zwischen dem verformungsbehinderten und dem frei verformbaren Bereich befindet sich ein Übergangsbereich, in dem die Verformungsbehinderung und ihre spannungserhöhende Wirkung abklingt. In diesem Übergangsbereich kann sich der Klebwulst einer Klebverbindung befinden. In diesem Falle addieren sich die Auswirkung der Verformungsbehinderung und die Kerbwirkung des Klebwulstes. Bild 5.28 zeigt schematisch die drei Verformungsbereiche einer Klebverbindung.

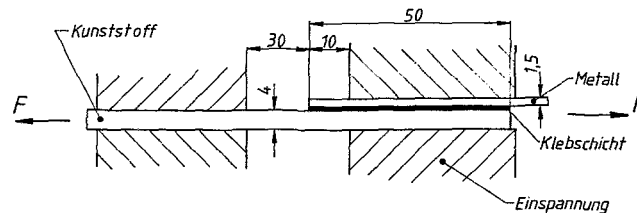


**Bild 5.28** Schematische Darstellung der unterschiedlichen Verformungsbereiche in einer Kunststoff-Metall-Klebeverbindung

Durch die Verformungsbehinderung kommt es jedoch nicht nur zu einer Erhöhung der Spannungen, sondern auch zu einer Veränderung des Spannungszustandes. So kann durch die Verformungsbehinderung aus einem einachsigen ein mehrachsiger Zugspannungs-

zustand werden /5.9/. Ein mehrachsiger Spannungszustand hat im Werkstoff eine gleitungsbehindernde Wirkung /5.8/, was einer Versprödung des Werkstoffes gleichkommt. So wurde an Metallen festgestellt, daß bei einem mehrachsigen Zugspannungszustand der Gewaltbruch in der Regel als Trennbruch erfolgt /5.8/; ein deutliches Zeichen dafür, daß die Verformung der Bauteile stark behindert war.

Die Auswirkung einer Kerbe (Formdiskontinuität) und einer Verformungsbehinderung (Stoffdiskontinuität) sind in ihrer Wirkung auf die Spannungsverteilung tendenziell gleich /5.20/.



**Bild 5.29** Prüfanordnung zur Ermittlung des Einflusses der Verformungsbehinderung, Proben einfach gelascht

Mit einigen Versuchen sollte der Einfluß der Verformungsbehinderung des Kunststoffes durch das aufgeklebte Metallteil geklärt werden. Dazu ist, auf ein POM-Teil ein kürzeres Metallteil aufgeklebt worden. Das geklebte Teil wurde so in die Zugprüfmaschine eingebracht, daß in der einen Spannbacke nur das Kunststoffteil, in der anderen das Kunststoffteil mit aufgeklebten Metall eingespannt war, **Bild 5.29**. Der überwiegende Teil des Kraftflusses im Prüfling muß, ähnlich wie bei der Zugscherprobe, vom Kunststoffteil in die Kunststoff-Metall-Kombination übergehen.

Das Ergebnis dieses Versuches zeigt **Bild 5.30**. Die Betrachtung der Prüflinge ergab, daß bei vier Proben die Klebschicht zwischen Metall und Kunststoff bis zur Einspannstelle aufgerissen war. Das aufgeklebte Blechteil ist durch die Normalspannung vom Kunststoffteil weggebogen worden. Der Bruch des POM-Teiles



erfolgte im Bereich der Einspannstelle durch die Spannbacken. Bei diesen vier Proben wurde eine sehr hohe Bruchkraft gemessen. Sie entsprach in etwa der Bruchkraft des POM-Teiles von  $F_B = 6500 \text{ N}$ . Bei den Proben versagte die Verbindung im Klebbereich, d.h. die Verformungsbehinderung wirkte sich daher auf die Tragfähigkeit des Kunststoffteiles kaum festigkeitsmindernd aus. Die Klebverbindung selbst hat jedoch, ähnlich wie in Bild 5.34 gezeigt, bereits einer geringeren Belastung nicht mehr standgehalten.

Für eine Probe wurde jedoch die weitaus geringere Prüfkraft von  $F_B = 4450 \text{ N}$  ermittelt. Dieser Prüfling zeigte in der Klebschicht keine Schädigung. Dadurch konnte die Verformungsbehinderung wirksam werden. Der Bruch trat im Kunststoffteil am Ende der Überlappung des Stahlteiles ein. In diesem Falle wurde ein Festigkeitsverlust von  $2000 \text{ N}$ , etwa 30% der Materialfestigkeit des POM, festgestellt.

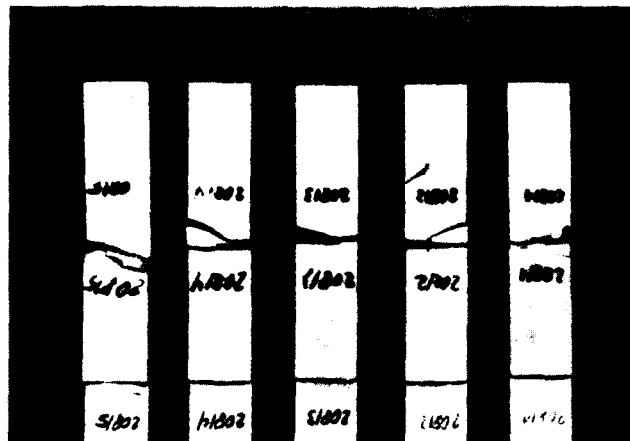


Bild 5.30 Bruchbilder einseitig gelaschter Proben

Die soeben besprochenen Proben waren mit einem Biegemoment behaftet, da der Prüfling unsymmetrisch aufgebaut war. Um das



POM und Stahl verglichen. Als obere Grenze ist die Bruchkraft der POM-Teile eingezeichnet. Es zeigt sich, daß bei den einseitig gelaschten Proben mit den vier Prüflingen, bei denen die Klebverbindung versagt hatte, die höchsten Bruchlasten erreicht werden. Sie entsprechen in etwa der Materialfestigkeit der Kunststoffteile. Es konnte kaum ein Einfluß durch die Einspannung der Kunststoffteile festgestellt werden.

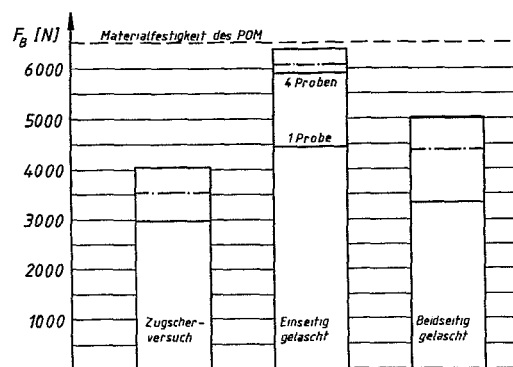


Bild 5.33 Vergleichende Darstellung der Prüfergebnisse gelaschter Proben

Die eine einseitig gelaschte Probe, die am Überlappungsende des Stahlteiles gebrochen ist, liegt mit der Bruchlast im Streubereich der Bruchlasten der doppelt gelaschten Proben.

Die Bruchlast der doppelt gelaschten Proben liegt unterhalb der Bruchlast der einseitig gelaschten Proben. Hier bestätigt sich die bei der Untersuchung der Fügeteilbiegung gemachte Beobachtung, daß die Kunststoffteile dann, wenn sie sich biegen können, höhere Kräfte übertragen können, siehe Kapitel 5.2.1.

Die Bruchlasten des Zugscherversuches, in dem ebenfalls einseitig gelaschte Proben verwendet werden, liegt weit unter der Bruchlast der vier einseitig gelaschten Proben, kommen der Bruchlast der einen einseitig gelaschten Probe allerdings nahe.

Bei den eben beschriebenen Versuchen kann wegen der kurzen freien Einspannlängen das Prüfergebnis noch durch die Einspannstelle beeinflusst werden. Daher wurde eine andere Prüfanordnung gewählt, bei der eine derartige Einflußmöglichkeit nicht mehr gegeben ist. Auf 250 mm langen, 25 mm breiten und 4 mm dicken Teilen aus POM sind in der Mitte 50 mm lange Metallteile aufgeklebt worden, **Bild 5.34**. Diese Teile wurden in der Zugprüfmaschine unter gleichen Bedingungen wie Zugscherproben geprüft. Auch bei dieser Probenanordnung muß ein Teil des Kraftflusses von den Kunststoffteilen in die aufgeklebten Metallteile übergeleitet werden. Hierbei nehmen die Metallteile, wegen des höheren E-Moduls, den größeren Teil der Prüfkraft auf. Das in seiner Verformung behinderte Kunststoffteil kann nur einen kleineren Anteil der Prüfkraft übernehmen. Von besonderem Interesse ist das Verhalten der Kunststoffteile am Beginn bzw. Ende des aufgeklebten Stahlteiles, da hier die Kraft umgelenkt werden muß.

Es wurden 3 unterschiedliche Anordnungen der Metallteile untersucht:

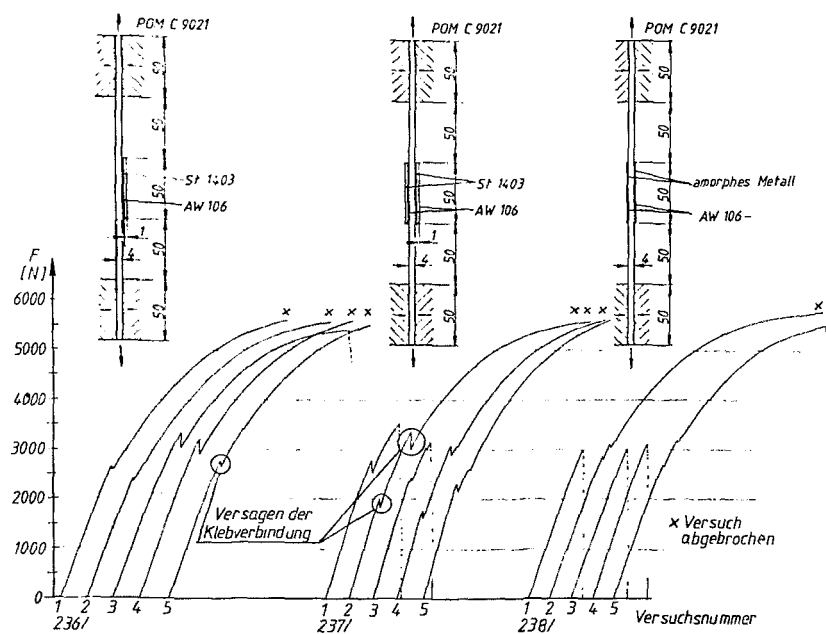
- 1) einseitig gedoppelt mit 1 mm dickem Blech,
- 2) beidseitig gedoppelt mit 1 mm dickem Blech und
- 3) beidseitig gedoppelt mit 50 µm dickem amorphem Metall.

Bei den einseitig gedoppelten Proben ist mit einem inneren Biegemoment in der Probe zu rechnen, welches zu einer Verbiegung des Prüfteiles führen kann. Die doppelt gelaschten Proben können diese Verformung nicht zeigen, da sich die inneren Momente wegen der symmetrischen Anordnung der Metallteile gegenseitig aufheben.

Das amorphe Metall wurde verwendet, weil wegen der geringen Dicke der Folie kaum eine geometrische Kerbwirkung vorhanden ist. Außerdem ist hier die Behinderung der Querkontraktion des Kunststoffes vermindert, da sich das amorphe Metall, wegen seiner geringen Schälfestigkeit, gegebenenfalls aufrollen kann (siehe Bild 5.35). Die Verformungsbehinderung in Probenlängs-

richtung bleibt jedoch erhalten. Somit kann an diesen Proben die Auswirkung einer Verformungsbehinderung auf den Kunststoff sehr gut untersucht werden. Das Ergebnis dieser Versuche zeigt **Bild 5.34**.

Unter den Probenanordnungen sind die Kraft-Verlängerungs-Verläufe für die einzelnen Proben abgebildet. An den Stellen, wo die Kurven einen Knick aufzeigen, hat eine Klebverbindung versagt, so daß die Verformungsbehinderung ganz oder teilweise aufgehoben wurde. Da sich jetzt der Kunststoff in diesem Bereich frei dehnen kann, fällt die Kraft schlagartig ab. Die Zugprüfmaschine arbeitet mit kontinuierlicher Prüfgeschwindigkeit; somit kann sich die Aufhebung der Verformungsbehinderung des Kunststoffteiles nur in einem Abfall der Prüfkraft äußern.



**Bild 5.34** Prüfanordnung und Kraft-Verlängerungs-Diagramme von gedoppelten POM-Teilen

Bei den einfach gedoppelten Kunststoffteilen versagen die Klebverbindungen im Bereich um 3000 N Prüfkraft. Bei allen 5 Proben löste sich während der Prüfung das Metallteil vom Kunststoffteil ab. Somit kam es nicht zum Fügeteilbruch im Kunststoffteil und die Versuche wurden abgebrochen. In diesen Fällen wurde das Kunststoffteil durch die aufgeklebten Blechteile kaum beeinträchtigt. Lediglich beim Teil 236/3 trat, allerdings bei einer sehr hohen Prüfkraft, ein Bruch im Kunststoffteil ein. Bei diesem Teil hatte die Klebverbindung erst bei einer hohen Belastung versagt. Hierbei ist offensichtlich der Kunststoff geschädigt worden, was dann zum Bruch führte.

Bei den beidseitig gedoppelten Proben versagen die Klebverbindungen auf einem niedrigeren Niveau als die einseitig gedoppelten Proben. Hier brechen sogar zwei Proben im Kunststoffteil ab.

Von den mit amorphem Metall gedoppelten Proben brechen 3 Proben im Kunststoff bei  $F_B = 3000$  N, eine Probe bei  $F_B = 5000$  N,

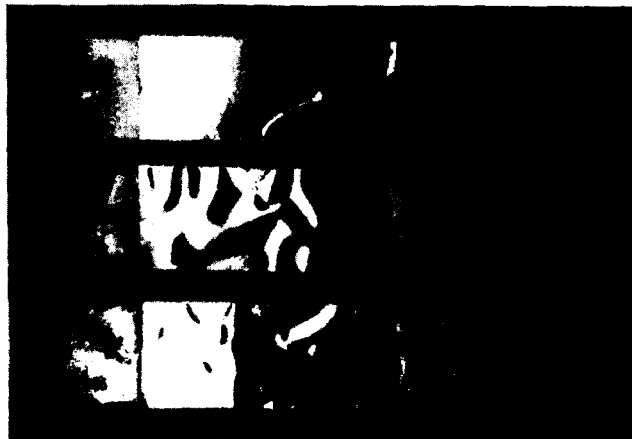


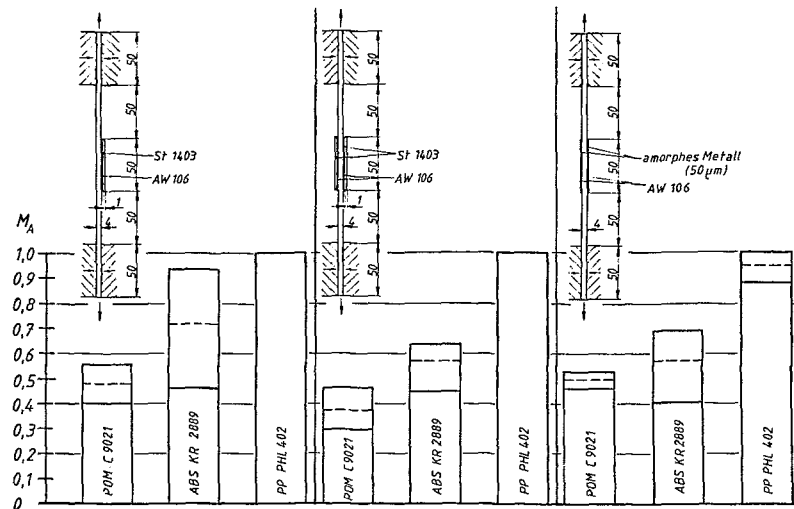
Bild 5.35 Bruchstellen von mit amorphem Metall gedoppeltem POM

während eine Probe nicht versagt. Bei den beiden zuletzt erwähnten Proben hatte jedoch vorher bei einer geringeren Prüfkraft die Klebverbindung versagt. Wie **Bild 5.35** zeigt, brechen die 3 Proben, bei denen sich die Klebverbindung nicht gelöst hat, am Überlappungsbeginn durch das amorphe Metall ab.

Die mit 1 mm dickem Blech gedoppelten POM-Teile brechen bei einer geringeren Belastung als die mit amorphem Metall gedoppelten Teile. Da die geometrische Kerbwirkung der dickeren Blechteile, wie in Kapitel 5.2.2 gezeigt wurde, offensichtlich keinen Einfluß auf die Bruchkraft hat, muß das verringerte ertragbare Belastungsniveau auf die erhöhte Verformungsbehinderung durch die dickeren Blechteile zurückgeführt werden, die auch zu einer Behinderung der Querkontraktion im Kunststoff führt.

Auch bei diesen Proben kann wiederum festgestellt werden, daß die Proben, die sich biegen können, erst bei einer höheren Belastung versagen als Proben, bei denen keine Biegung auftritt.

Bei den gedoppelten Proben kann für den Punkt, an dem entweder die Klebverbindung oder das Kunststoffteil versagen, analog zu den Zugscherproben ein Materialausnutzungsfaktor ermittelt werden. In **Bild 5.36** ist der Materialausnutzungsfaktor für die drei Kunststoffe POM, ABS und PP für drei verschiedene Dopplungen mit Metall dargestellt. Bei allen drei Dopplungen werden tendenziell ähnliche Ergebnisse erzielt. Während die Materialausnutzung bei POM am schlechtesten ist, tritt bei PP nur bei einigen mit amorphem Metall gedoppelten POM-Teilen ein Bruch knapp unterhalb der Streckgrenze ein, d. h. bis zur Streckgrenze ist eine fast vollständige Materialausnutzung gegeben. Die Ausnutzung des ABS liegt zwischen PP und POM. Da die geometrischen Bedingungen bei den Dopplungen jeweils gleich sind, muß die unterschiedliche Materialausnutzung im Werkstoffverhalten der Kunststoffe begründet sein.

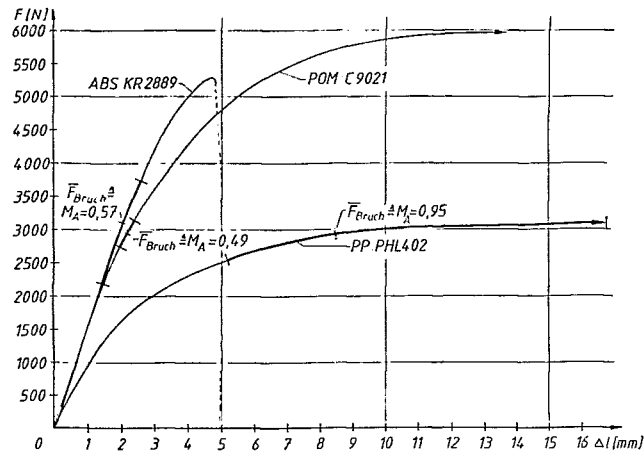


**Bild 5.36** Materialausnutzung für drei Kunststoffe bei unterschiedlicher Dopplung mit Metall

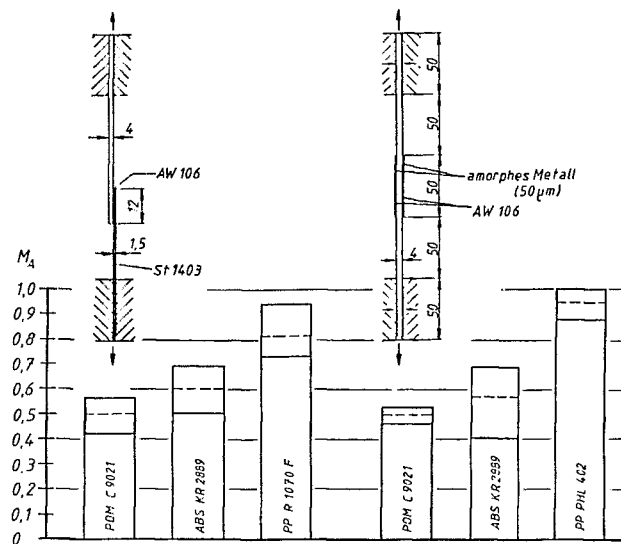
Das innere Biegemoment in den gedoppelten Proben, welches dadurch entsteht, daß die Prüfkraft vom Kunststoff in das Metallteil übergeleitet werden muß, hat bei den einseitig gedoppelten PP-Proben zu einer bleibenden Verformung von Kunststoffteil und aufgeklebten Blechen geführt.

In Bild 5.37 sind die Kraft-Verlängerungs-Diagramme für die drei Kunststoffe, wie sie bei diesen Versuchen ermittelt worden sind, wiedergegeben. In jeder Kurve ist die Materialausnutzung, einschließlich der Streubereiche, bei Dopplung mit amorphen Metall eingezeichnet. Dabei zeigt sich, daß die Kräfte, bei denen die Proben versagen - bei PP tritt nur zum Teil Versagen ein - etwa auf dem gleichen Niveau liegen, wobei sich beim ABS etwas höhere Bruchkräfte ergeben. Die Unterschiede in der Materialausnutzung werden hier in erster Linie durch die unterschiedlichen Eigenfestigkeiten der Kunststoffe, auf die die Materialausnutzung bezogen ist, verursacht. Dieses Ergebnis konnte so gedeutet werden, daß es keinen Werkstoffeinfluß auf die Bruchkraft gibt. Wegen der geringen Anzahl der geprüften





**Bild 5.37** Kraft-Verlängerungs-Verlauf der geprüften Kunststoffteile mit Bruchbereichen und Materialausnutzung



**Bild 5.38** Vergleich der Materialausnutzung von einschnittig überlappten Klebverbindungen mit zweiseitig gedoppelten (amorphes Metall) Klebproben

Werkstoffe ist dieser Schluß zu diesem Zeitpunkt jedoch noch nicht zulässig.

Bei einem Vergleich der Materialausnutzung von Zugscherproben und von mit amorphen Metall gedoppelten Proben, **Bild 5.38**, stellt sich heraus, daß für die drei untersuchten Kunststoffe werkstoffabhängig die gleiche Tendenz vorhanden ist. Hieraus kann gefolgert werden, daß die Verformungsbehinderung des Kunststoffteiles, auch bei einschnittig überlappten Kunststoff-Metall-Klebverbindungen, der dominierende Faktor ist. - Für PP wurden zwei unterschiedliche PP-Typen verwendet. - Es ergibt sich in **Bild 5.38** auch eine Gleichheit der jeweiligen Materialausnutzung. Dies ist Zufall, da der Materialausnutzungsfaktor der Zugscherproben geometrieabhängig ist; siehe Kapitel 6.2.

Abschließend soll noch ein Bruch im PP bei einer zweifachen Dopplung mit 1 mm dickem Blech besprochen werden. **Bild 5.39** zeigt den Riß im PP, der, von der Kante des Bleches ausgehend, ins PP hineingelaufen ist. Die ursprünglich vorhandenen Klebwülste sind beim Schleifen der Proben für das Foto abgeplatzt. An diesem Riß wird dreierlei deutlich:

1. Der Riß läuft durch PP, das keine Crazes aufweist. Nur an der Rißspitze haben sich Crazes gebildet, die von dort aus strahlenförmig in den Kunststoff hineinreichen. Da sich bei PP, das sich frei verformen kann, vor dem Bruch Crazes bilden, kann geschlossen werden, daß hier ein verformungsbehinderter Bruch eingetreten ist. Das hier beschriebene Bruchverhalten deckt sich mit dem bereits beschriebenen Bruchverhalten von Metallen bei verformungsbehindertem Bruch /5.8/. Erst nachdem durch den Riß die Verformungsbehinderung des aufgeklebten Metallteiles an dieser Stelle weitgehend aufgehoben ist, bilden sich bei weiterer Belastung an der Rißspitze Crazes. Die Verformungsbehinderung macht sich auch an der Bruchdehnung bemerkbar. Der gezeigte Bruch ist bei einer Dehnung von etwa 8 % eingetreten. Dies ist nur ein kleiner Teil der Bruchdehnung von 165 % im Zugversuch. Die

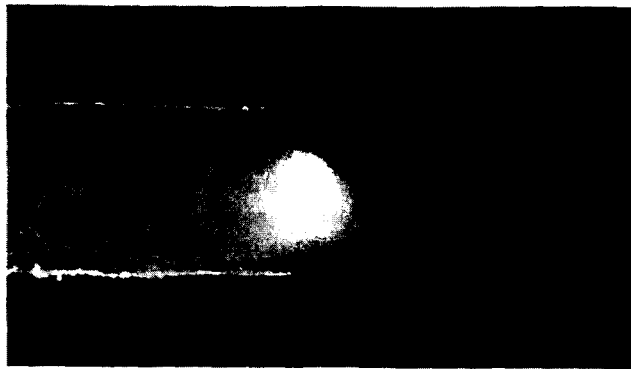


Bild 5.39 Anriß in einem zweifach gedoppelten PP-Teil

verformungsbehindernde Wirkung des aufgeklebten Metallteiles wird hier im Bruchverhalten des PP sichtbar.

2. Der Riß geht nur von einem der beiden aufgeklebten Bleche aus und ist lediglich auf dieser Seite der Probe vorhanden. Damit zeigt sich deutlich, daß die aufgeklebten Bleche die Verformung des Polymerteiles unterschiedlich stark behindern. Da sonst alle Parameter gleich sind, kann eine unterschiedlich dicke Klebschicht und/oder der unterschiedlich ausgebildete Klebwulst für dieses Verhalten verantwortlich sein.
3. Der Riß ist am Überlappungsende durch das Stahlteil entstanden, obwohl ein Klebwulst vorhanden war. In diesem Fall wurde, im Gegensatz zu den PS-Teilen in Bild 6.24, der Bruch durch die Verformungsbehinderung des Metallteiles eingeleitet und nicht durch den Klebwulst.

### 5.3 Diskussion

Kunststoff-Metall-Klebverbindungen versagen im Zugscherversuch häufig im Kunststoff. Die Berechnungen zur Spannungsverteilung in Metallklebverbindungen ergaben, daß am Beginn der Überlappung im Fügeteil sehr hohe Spannungskonzentrationen auftreten.

Wie gezeigt wurde, können diese Ergebnisse nur tendenziell auf Kunststoff-Metall-Klebverbindungen übertragen werden, da sich das Kunststoffteil in der Verbindung anders verformt als ein Metallteil. Weiterhin muß berücksichtigt werden, daß die Rechenansätze ein linear elastisches Werkstoffverhalten voraussetzen, das bei Bruchvorgängen nicht mehr gegeben ist. Mit den beschriebenen Spannungskonzentrationen allein kann das Bruchverhalten von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen nicht erklärt werden, da es Verbindungen wie PE-Stahl-Klebverbindungen mit Epoxidharz gibt, die nicht an der Stelle der maximalen Spannungskonzentration am Überlappungsende im Fügeteil abbrechen.

Offensichtlich hängt es vom Werkstoffverhalten ab, ob die Spannungskonzentrationen zum Bruch führen, oder ob durch Stützwirkung die Spannungsspitze abgebaut und größere Bereiche des Kunststoffteiles zur Kraftübertragung herangezogen werden können. In diesen Fällen trägt die Verbindung genausoviel wie der Grundwerkstoff. In den anderen Fällen versagt die Verbindung aufgrund der Spannungskonzentration bei einer Belastung, die z.T. weit unterhalb der Eigenfestigkeit der Kunststoffe liegt. So wurde bei POM-Stahl-Klebverbindungen eine Materialausnutzung von  $M_A = 0,5$  ermittelt. Dieser Werkstoff ist offensichtlich nicht in der Lage, die Spannungsspitze abzubauen, so daß die Verbindung bei einer relativ geringen Gesamtbelastung im Kunststoff versagt.

Die Spannungskonzentration am Überlappungsende wird u.a. durch

- die Biegung der Fügeteile,
- durch Kerbwirkung,
- durch die Verformungsbehinderung im Kunststoffteil

beeinflußt.

Dabei muß berücksichtigt werden, daß durch eine Überlagerung der einzelnen Einflüsse eine zusätzliche Spannungserhöhung auftritt. So kann durch die Verformungsbehinderung im Kunststoff ein "Versprödung" eintreten, die den Kunststoff anfälliger für Kerbwirkung macht. Diesen Effekt zeigen die Versuche

mit den Klebstoffraupen auf PS in Kapitel 5.2.2. Die Einspannung der PS-Teile in der Zugprüfmaschine führt zu einer Verformungsbehinderung. Dadurch wird die Reißdehnung und die Bruchfestigkeit gegenüber den Herstellerangaben vermindert. Die Klebstoffraupe des spröderen Klebstoffes führt durch die Kerbwirkung zu einer weiteren Verminderung der Reißdehnung und zu weiteren, wenn auch geringen Festigkeitsverlusten.

An POM-Stahl-Klebverbindungen konnte kein Einfluß der Form des Überlappungsendes des Stahlteiles auf die Klebfestigkeit ermittelt werden. Offensichtlich wird die Kerbwirkung, die mit  $\alpha_k=2,5$  für diese Probengeometrie beträchtliche Werte annimmt, von anderen Effekten, wahrscheinlich durch die Verformungsbehinderung, überdeckt. Andererseits konnte bei PS durch das Auftragen einer Klebstoffraupe aus dem relativ spröden Epoxidharz Araldit AW 106 die Bruchform geändert und die Bruchdehnung herabgesetzt werden. Der Bruch lief an den Rändern der Klebstoffraupe entlang. Damit trat in diesem Versuch ein ähnliches Bruchverhalten wie bei PS-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 auf. Bei dem Kunststoff PS reicht offensichtlich die Kerbwirkung eines Klebwulstes aus, um den Bruch im Kunststoffteil einzuleiten.

Die Klebverbindung führt dazu, daß das Kunststoffteil in der Verbindung weitgehend das Verformungsverhalten des Stahlteiles annehmen muß. Folglich muß in einem relativ kleinen Bereich der größte Teil der zu übertragenden Kraft vom Kunststoffteil auf das Stahlteil übergeleitet werden. Dies trägt zu den Spannungskonzentrationen am Überlappungsende bei. In mehreren Versuchen zur Verformungsbehinderung wurde festgestellt, daß immer dann, wenn in der Klebverbindung selbst kein Versagen eintritt, das geprüfte POM-Teil etwa bei der Hälfte seiner Eigenfestigkeit bricht.

Es ergab sich weiterhin, daß Klebproben, die sich bei der Prüfung biegen können, erst auf einem höheren Belastungsniveau versagen als biegefreie Proben. Dieses Ergebnis überrascht, da

infolge der Biegung eine zusätzliche Belastung durch die Randfaserdehnung hervorgerufen wird. Am "biegefreien" Zugscherversuch kann dieser Widerspruch aufgeklärt werden.

Hier wurde festgestellt, daß im biegefreien Zugscherversuch die POM-Teile eher versagen als im Zugscherversuch mit Biegung. Bei der Wertung dieses Ergebnisses muß berücksichtigt werden, daß durch die Prüfanordnung zwar die Biegung der POM-Teile unterdrückt wird, das Biegemoment aus Prüfkraft und halber Klebprobendicke jedoch als "inneres" Biegemoment weiterhin vorhanden ist und in das Kunststoffteil übergeleitet werden muß.

Vermutlich wird durch die Behinderung der Biegung des POM-Teiles die Verformungsbehinderung noch weiter verstärkt, so daß nur ein kleiner Bereich des Kunststoffteiles zur Kraftübertragung am Überlappungsende des Stahlteiles beiträgt. Wenn durch die Biegung des POM-Teiles eine Verformung eintritt, so können andere Bereiche des Kunststoffteiles durch "Stützwirkung" an der Kraftübertragung beteiligt werden. Dadurch können höhere Belastungen übertragen werden.

Die Verformungsbehinderung des Kunststoffteiles hat nach den hier durchgeführten Versuchen den dominierenden Einfluß auf das Tragverhalten der Kunststoffteile in der Verbindung. Die Ursache hierfür ist der durch die Verformungsbehinderung erhöhte Spannungszustand in den Fügeteilen. Bei bestimmten Kunststoffen wie PS kann jedoch auch die Kerbwirkung des Klebwulstes, u.U. auf Grund einer "Versprödung" des Kunststoffes durch Verformungsbehinderung, brucheinleitend sein.

Es kann weiterhin festgestellt werden, daß das Bruchgeschehen im Kunststoffteil bei Spannungskonzentrationen wesentlich vom Kunststoffverhalten mit beeinflußt wird. Dieses Verhalten kann, analog zum Verhalten von Metallen, als Kerbempfindlichkeit des Kunststoffes bezeichnet werden.

Der Vergleich der Materialausnutzung von einschnittig überlappten Zugscherproben mit der Materialausnutzung der mit Metall gedoppelten Proben ergab, daß auch bei den Zugscherproben die Verformungsbehinderung des Metallteiles einen dominierenden Einfluß auf die Klebfestigkeit hat.

Die Auswirkung der Verformungsbehinderung des Kunststoffteiles durch das Metallteil wird auch von der Verformbarkeit der Klebschicht mit beeinflußt. Die Verformbarkeit der Klebschicht ist von der Schichtdicke und vom Spannungs-Dehnungs-Verhalten des Klebstoffes abhängig. Während auf den Einfluß der Klebschichtdicke bereits kurz eingegangen worden ist, wird der Einfluß der Klebstoffverformbarkeit in Kapitel 6.3 behandelt.

Ob die Brucheinleitung am Klebwulst oder am Überlappungsende des Metallteiles erfolgt, wird wesentlich durch das Verformungsverhalten des Kunststoffes und der Klebschicht (Verformungsbehinderung) und durch die Form und die Größe des Klebwulstes (Kerbwirkung) beeinflußt.

## 6. WERKSTOFF- UND GEOMETRIEEINFLUß AUF KLEBFESTIGKEIT UND BRUCHVERHALTEN

### 6.1 Fügeteilwerkstoff

Die Beeinflussung der Klebfestigkeit durch den Fügeteilwerkstoff erfolgt durch sein Verformungsverhalten bei mechanischer Belastung und durch seine Wärmeausdehnung bei thermischer Belastung. Während auf den Einfluß der Wärmeausdehnung nicht eingegangen wird, soll das Verformungsverhalten der Kunststoffe und der Metalle im Zusammenhang mit den Klebfestigkeiten und dem Bruchverhalten von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen betrachtet werden.

Unter dem Verformungsverhalten eines Werkstoffes in einer Klebverbindung muß, vor allem bei den verwendeten Kunststoffen, mehr verstanden werden als der Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung, wie er im Zugversuch ermittelt wird. Zum Verformungsverhalten zählt auch die Reaktion auf das Auftreten von Spannungsgradienten. Dieses Werkstoffverhalten kann mit dem Begriff Kerbempfindlichkeit beschrieben werden.

#### 6.1.1 Kunststoff

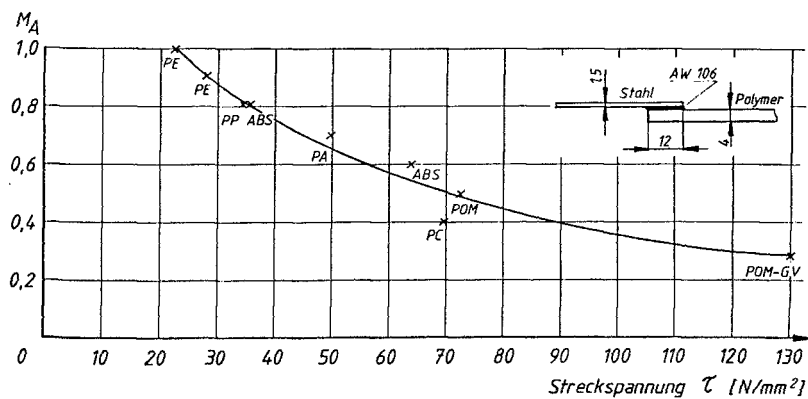
**Bild 6.1** zeigt den Materialausnutzungsfaktor für Kunststoff-Stahl-Klebverbindungen der in **Bild 4.7** dargestellten Abmessungen bei Verwendung verschiedener Kunststoffe. Als Klebstoff wurde Epoxidharz AW 106 verwendet. Bei der Berechnung von  $M_A$  ist für jeden Kunststoff die höchste Klebfestigkeit verwendet worden, die mit den verschiedenen Oberflächenzuständen erreicht worden ist. Hierbei waren die Stahlteile geschmiegelt, die Kunststoffteile sind je nach Kunststoff vorbehandelt oder unvorbehandelt geklebt worden. Als Wert für die Bruchspannungen



der Kunststoffe im Zugversuch sind die Katalogwerte der Kunststoffhersteller verwendet worden.

Die Materialausnutzung wurde in Abhängigkeit von der Streckspannung der Kunststoffe aufgetragen, weil es sich bei der Streckspannung um einen Materialkennwert handelt, der von Konstrukteuren häufig verwendet wird.

Bei allen in **Bild 6.1** aufgeführten Klebverbindungen ist, abgesehen von PC und einem PE-Typ, der Bruch der Verbindung im Kunststoffteil erfolgt. Die PE-Stahlverbindung versagte nicht, bei den PC-Stahl-Klebverbindungen traten nur partielle Brüche in der Oberfläche des Kunststoffteiles auf.

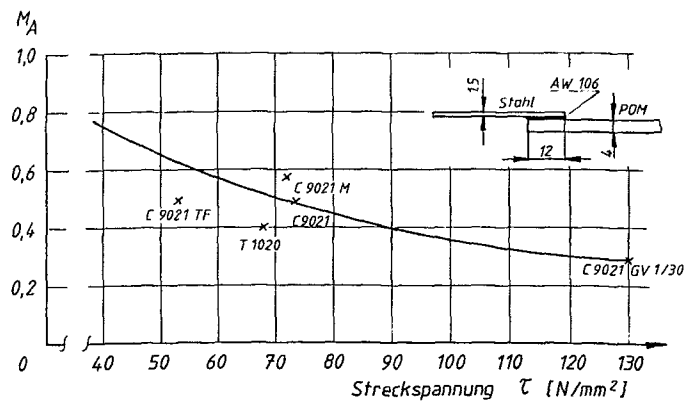


**Bild 6.1** Materialausnutzungsfaktor für Kunststoff-Stahl-Klebverbindungen mit verschiedenen Kunststoffen

Der Materialausnutzungsfaktor beträgt bei einem PE-Typ  $M_A = 1$ . PE weist eine geringe Festigkeit und eine hohe Bruchdehnung auf. Dieser Werkstoff ist offensichtlich in der Lage, die örtlich auftretenden Spannungsspitzen aufzunehmen, ohne daß die Tragfähigkeit des Kunststoffes beeinträchtigt wird. Mit steigender Kunststofffestigkeit und vermindertem Verformungsvermögen wird die Materialausnutzung schlechter und damit der Material-

ausnutzungsfaktor kleiner. Bei glasfaserverstärktem POM werden nur noch 30 % der Materialfestigkeit ausgenutzt, obwohl auch bei diesem Werkstoff die Verbindung im Kunststoffteil versagte. Der Bruch verläuft, wie durch REM-Aufnahmen nachgewiesen wurde, in der Oberfläche des POM-Teiles. Dieser Kunststoff ist nicht in der Lage, die Spannungsspitzen abzubauen; die Verbindungsfestigkeit liegt weit unterhalb der Materialfestigkeit des POM.

Die ermittelten Materialausnutzungsfaktoren scheinen, abgesehen von PC, einen eindeutigen Zusammenhang zwischen dem Festigkeitsverlust eines Kunststofftyps und seiner Bruchspannung im Zugversuch aufzuzeigen. Dieser eindeutige Zusammenhang dürfte jedoch nur zufällig sein. Wie in Kapitel 5.2 gezeigt worden ist, treten im Kunststoffteil einer Kunststoff-Metall-Klebeverbindung Spannungskonzentrationen auf, die zum Bruch des Teiles führen. Diese Spannungskonzentrationen sind beim Zugversuch nicht vorhanden. Folglich werden bei der Ermittlung der Materialausnutzung Bruchspannungen miteinander verglichen, deren Vergleich streng genommen wegen der unterschiedlichen Spannungszustände nicht zulässig ist. Somit muß ein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Materialausnutzung und der Bruchspannung des Kunststoffes im Zugversuch nicht vorhanden sein. Dem-



**Bild 6.2** Materialausnutzungsfaktor für POM-Stahl-Klebeverbindungen mit verschiedenen POM-Typen (Kurve aus Bild 6.1)

nach gibt die Kurve lediglich die Tendenz wieder, daß höher-feste Kunststoffe kerbempfindlicher sind und Spannungskonzentrationen weniger gut ertragen können, siehe Kapitel 5.2.2, was zu einer schlechteren Materialausnutzung führt.

Diese Aussage wird durch **Bild 6.2** bestätigt. Hier ist der Materialausnutzungsfaktor für die fünf untersuchten POM-Typen dargestellt. Der Kurvenzug ist aus **Bild 6.1** übernommen worden. Es zeigt sich, daß die Tendenz zwar noch stimmt, zwischen den beiden Typen T 1020 und C 9021 M ist jedoch trotz ähnlicher Festigkeit eine unterschiedliche Materialausnutzung vorhanden.

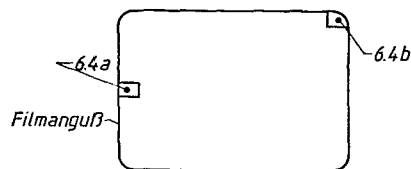
Kunststoffe werden durch die Herstellung in ihren Eigenschaften beeinflußt, was Auswirkungen auf die Klebeignung der hergestellten Teile hat. Der Einfluß des Herstellvorganges beschränkt sich nicht nur auf Unterschiede zwischen den einzelnen Herstellungsverfahren, es kann auch zu Inhomogenitäten in einem Kunststoffteil kommen. So werden durch den Spritzgußprozeß unterschiedliche molekulare Ordnungszustände in einem Teil erzeugt /6.1/. Diese Ordnungszustände bestimmen maßgeblich das Festigkeits- und Verformungsverhalten /6.1/.

Der Einfluß der Herstellung eines Kunststoffteiles auf seine Klebeignung soll an der Beizbarkeit eines spritzgegossenen POM-Teiles nachgewiesen werden. Dabei ist davon auszugehen, daß bei anderen Oberflächenvorbehandlungsverfahren und anderen Kunststoffen ähnliche Effekte auftreten.

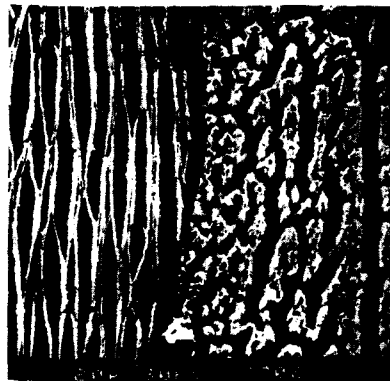
Für die Untersuchung wurde eine spritzgegossene POM-Platte 45 s im Satinierbad bei 90 °C gebeizt. An zwei Stellen, **Bild 6.3**, sind Proben entnommen und die Beizstruktur mit dem REM untersucht worden. Die Beizstrukturen zeigt **Bild 6.4**. In **Bild 6.4 a**, welches die Oberfläche in der Nähe des Filmangusses der Platte wiedergibt, sind zwei unterschiedliche Beizstrukturen sichtbar. Während links eine Lamellenstruktur (siehe Kapitel 7.2.3.1.1) vorhanden ist, hat sich rechts eine anders geformte Beizstruktur ausgebildet.

Von einem Probestück am anderen Ende der Probenplatte ist **Bild 6.4 b** aufgenommen worden. Hier hat sich in der Nähe des Randes der Probe wiederum eine andere Beizstruktur gebildet. Aus den Bildern folgt, daß die Wirkung des Beizmittels an der Oberfläche eines Spritzgußteiles unterschiedlich ist. Die Ursache hierfür ist der inhomogene Aufbau des Spritzgußteiles auf Grund des Spritzgußvorganges.

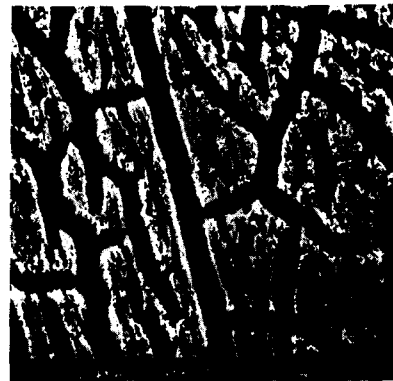
Die einzelnen Beizstrukturen dürften verschiedene Klebeignung aufweisen, da sie unter anderem für eine mechanische Verklammerung des Klebstoffes unterschiedlich ausgebildet sind, wie aus **Bild 6.4** hervorgeht.



**Bild 6.3** Entnahmestelle für die in Bild 6.4 gezeigten Oberflächenbereiche einer spritzgegossenen POM-Platte



**6.4 a**



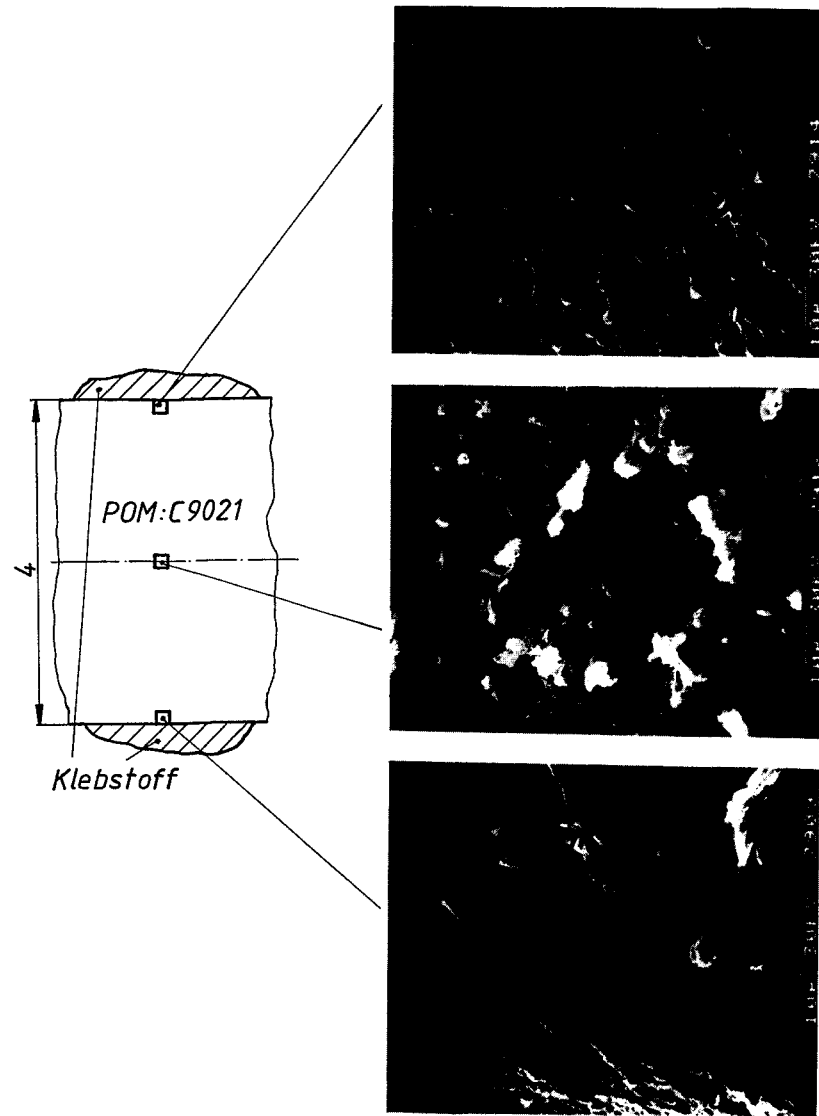
**6.4 b**

**Bild 6.4** Beizstrukturen an der Oberfläche einer POM-Platte bei gleichen Beizbedingungen

Die Beizstrukturen entstehen durch unterschiedliche Zustände des Kunststoffes, die verschiedene Festigkeiten aufweisen dürften. Bei der Belastung einer Klebverbindung muß die Kraft über diese gebeizten Probenbereiche in das Kunststoffteil eingeleitet werden. Wenn diese Bereiche unterschiedliche Festigkeiten aufweisen, so können verschieden hohe Kräfte übertragen werden. Unter dieser Voraussetzung folgt, daß unterschiedliche Beizstrukturen zu verschiedenen Klebfestigkeiten führen.

Der unterschiedliche Beizangriff gilt nicht nur für die Oberfläche einer Seite eines Spritzgußteiles, sondern es unterscheiden sich auch die Ober- und die Unterseite der Platte. Im **Bild 6.5** ist ein gebeizter Schnitt durch eine POM-Platte gezeigt. Für die Untersuchung ist, wie in **Bild 6.5** dargestellt, die Ober- und die Unterseite der Platte mit einem Tropfen Klebstoff versehen worden. Nach dem Abbinden des Klebstoffes wurde die Platte geschnitten, geschliffen und in Chromschwefelsäure gebeizt (100 s, 22°C). Anschließend ist der Klebstoff abgebrochen worden, so daß die ehemalige Oberfläche wieder zu sehen war. Da der Klebstoff auf unvorbehandeltes POM aufgetragen wurde, konnte er ohne eine Beschädigung der Oberfläche wieder entfernt werden. Durch das Auftragen des Klebstoffes blieb beim Beizen die Kante der Probe erhalten, die sonst durch den beidseitigen Angriff des Beizmittels verrundet worden wäre.

**Bild 6.5** zeigt, daß sich unterschiedliche Beizstrukturen an den Rändern und in der Mitte der Platte ausbilden, wobei die Beizstruktur von außen nach innen veränderlich ist. Lediglich in der Mitte ist eine sphärolitische Struktur zu sehen, die für den Kern von POM-Teilen typisch ist /6.9/. Außen an der Platte haben sich, auf Grund der schnelleren Abkühlung, andere Strukturen gebildet. Offensichtlich waren die Abkühlbedingungen an den beiden Seiten der Platte unterschiedlich, so daß sich an den Ränder verschieden beizbare Strukturen ausgebildet haben. Die in Kapitel 6.2.3 mehrfach gezeigte Lamellenstruktur der oberflächennahen Bereiche des Kunststoffteiles wird in diesem

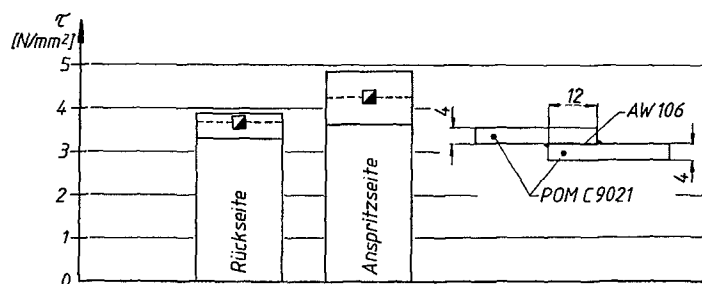


**Bild 6.5** Schnitt durch eine POM-Platte, gebeizt in Chromschwefelsäure

Bild nicht sichtbar, weil der Schnitt durch das Kunststoffteil parallel zur Lamellenstruktur geführt worden ist.

Die in **Bild 6.5** für Hostaform C 9021 gezeigten Unterschiede konnten in ähnlicher Weise auch für die anderen POM-Typen nachgewiesen werden.

Die Unterschiede in der Beizbarkeit der Oberflächen machen sich in der Klebfestigkeit bemerkbar. In einer Probenreihe sind jeweils zwei POM-Teile mit den Anspritzseiten bzw. mit den Rückseiten der Proben nach dem Beizen in Chromschwefelsäure (100s; 22°C) mit Araldit AW 106 aufeinander geklebt worden. Das Ergebnis zeigt **Bild 6.6**. Das Kunststoffteil hat, je nachdem welche Seite geklebt wird, bei gleichem Bruchverhalten eine um etwa 15 % unterschiedliche Klebfestigkeit; dabei überdecken sich jedoch die Streubereiche der Ergebnisse.

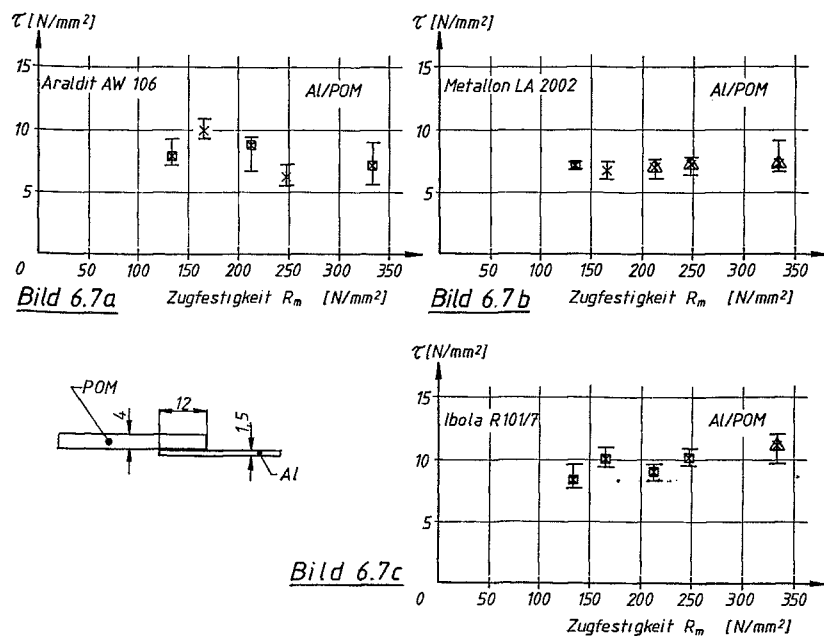


**Bild 6.6** Einfluß der geklebten Oberfläche eines Spritzgußteiles auf die Klebfestigkeit von POM-POM-Klebverbindungen

An dieser Stelle muß darauf hingewiesen werden, daß POM-POM-Klebverbindungen eine andere Klebfestigkeit aufweisen als POM-Stahl-Klebverbindungen, da die verschiedenen Bauteilabmessungen und -steifigkeiten zu unterschiedlichen Belastungen in den Klebverbindungen führen.

### 6.1.2 Metall

In Bild 6.7 ist der Einfluß der Festigkeit der Aluminiumfügeteile auf die Klebfestigkeit von Al-POM-Klebverbindungen dargestellt. Es zeigt sich, daß lediglich bei der Verwendung des flexibleren PUR-Klebstoffes Ibola R 101 mit steigender Festigkeit des Aluminiums geringfügig höhere Klebfestigkeiten erreicht werden. Bei den beiden anderen Klebstoffen liegen die Festigkeiten innerhalb eines konstanten Streubandes. Für die Untersuchung wurde das Aluminium geschmiegelt (Schleiflein 100er Korn); das POM wurde in Chromschwefelsäure (100 s, 22°C) gebeizt.



**Bild 6.7** Klebfestigkeit von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen in Abhängigkeit von der Festigkeit des Aluminiums

- POM-Aluminium mit Araldit AW 106
- POM-Aluminium mit Metallon La 2002
- POM-Aluminium mit Ibola R101/7



## 6.2. Fügeteilgeometrie

Die Geometrie der Fügeteile wird durch die Überlappungslänge  $l_{\text{Ü}}$ , die Breite  $b$  und die Dicke  $d$  der Fügeteile bestimmt. Außerdem können Breite und Dicke der Fügeteile im Bereich der Überlappung veränderlich sein. Da von der Fügeteilbreite, abgesehen von gewissen Randeffekten, kein Einfluß auf die Klebfestigkeit zu erwarten ist, wurde zum Einfluß dieses Geometriefaktors keine Untersuchung durchgeführt.

Der Einfluß einer veränderlichen Dicke des Stahlfügeteiles im Bereich der Überlappung (Anspitzen des Stahlteiles) ist in Kapitel 5.2.2 beschrieben worden. Auf eine ähnliche Veränderung des Kunststoffteiles wurde verzichtet, da hierdurch der Spannungszustand im gefährdeten Kunststofffügeteil nicht vermindert werden kann (siehe Bild 5.12).

In diesem Kapitel wird der Einfluß der Überlappungslänge  $l_{\text{Ü}}$  und der Dicke des Metall- bzw. des Kunststoffteiles untersucht.

### 6.2.1. Überlappungslänge

Der Einfluß der Überlappungslänge ist ein wichtiger Parameter, da sich die Tragfähigkeit einer Verbindung konstruktiv am einfachsten durch die Überlappungslänge vergrößern läßt. Der Einfluß der Überlappungslänge ist an drei unterschiedlichen Kunststoffen untersucht worden. Die Kunststoffe wurden mit Araldit AW 106 auf geschmigelten Stahl geklebt.

In Abhängigkeit von der Überlappungslänge sind im **Bild 6.8** die Bruchkraft der Verbindung, die Klebfestigkeit und der Materialausnutzungsfaktor eingetragen. Die Mittelwerte der Versuchsreihen werden durch die entsprechenden Bruchsymbole dargestellt. Auf die Eintragung der Streubreiten der Ergebnisse ist aus Gründen der Übersichtlichkeit der Diagramme verzichtet worden.

Die Streuung der Klebfestigkeiten liegt innerhalb der bisher dargestellten Bereiche.

In **Bild 6.8 a** ist der Einfluß der Überlappungslänge auf PS-Stahl-Klebverbindungen gezeigt. Das PS ist nach einer Reinigung mit Alkohol geklebt worden. Der Bruch erfolgte bei allen Überlappungslängen in gleicher Weise als Adhäsionsbruch am Kunststoff. Dieses Bruchverhalten ist der Grund dafür, daß bei einer Vergrößerung der Klebflächen durch eine Verlängerung der Überlappung um 400 % die übertragbare Last lediglich um 50 % zunimmt.

Den Einfluß der Überlappungslänge bei PP-Stahl-Verbindungen zeigt **Bild 6.8 b**. Das PP ist vor dem Kleben eine Minute im Sauerstoffplasma vorbehandelt worden. Die Verbindungen zeigen eine ähnliche Abhängigkeit des Festigkeitsverhaltens wie bei den PS-Proben.

Das Bruchverhalten der Proben wurde sowohl bei den PS- als auch bei den PP-Stahl-Klebverbindungen durch die Überlappungslängenvariation nicht beeinflusst. Während alle PS-Proben adhäsiv brachen, versagten die PP-Teile in ihrer Oberfläche, siehe **Bild 6.33**.

Ganz anders als diese Kunststoffe verhielt sich das POM Hostaform C 9021, **Bild 6.7 c**, das vor dem Kleben in Chromschwefelsäure (21°C, 100 sec) gebeizt wurde. Während beim PS und PP Brüche in oder an der Kunststoffoberfläche eintraten, brachen die POM-Teile überwiegend ab. Zusätzlich zum Abbrechen des POM-Teiles am Ende der Überlappung traten außer bei  $l_{\text{Ü}} = 6 \text{ mm}$  noch weitere Bruchformen hinzu, die von der Überlappungslänge beeinflusst werden. Bereits ab  $l_{\text{Ü}} = 8 \text{ mm}$  kommt ein Bruch im klebschichtnahen Bereich des Kunststoffteiles hinzu. Ab  $l_{\text{Ü}} = 16 \text{ mm}$  bildet sich am Stahlteil, offensichtlich durch verstärkt auftretende Schälkräfte, ein schmaler Adhäsionsbruch. Die Adhäsionsbruchzone wird breiter, wenn die Überlappungslänge bis auf  $l_{\text{Ü}} = 20 \text{ mm}$  verlängert wird.

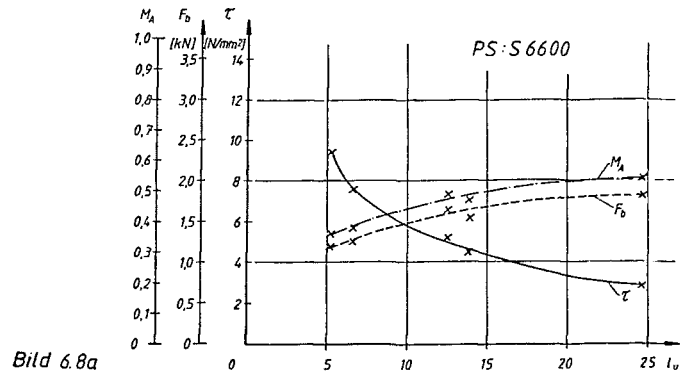


Bild 6.8a

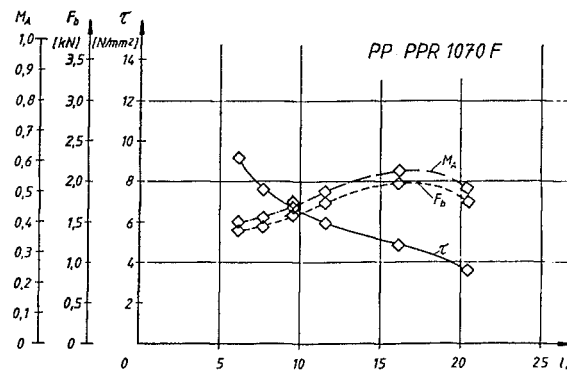


Bild 6.8b

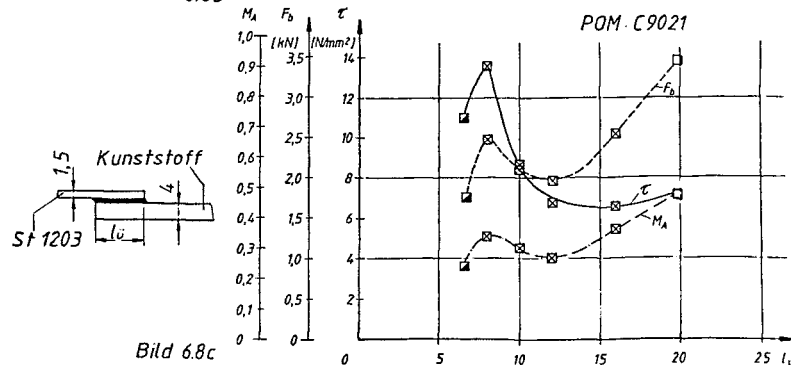


Bild 6.8c

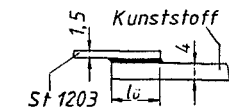


Bild 6.8 Überlappungslängeneinfluß bei Klebverbindungen mit Araldit  
AW 106 a) PS-Stahl-Klebverbindungen b) PP-Stahl-Kleb-  
verbindungen c) POM-Stahl-Klebverbindungen

Als Ergebnis dieser Untersuchungen kann festgestellt werden, daß bei allen drei untersuchten Kunststoffen, abgesehen von Teilbereichen bei POM, mit steigender Überlappungslänge die übertragbare Last zunimmt. Die Bruchkraft steigt jedoch nicht proportional mit der Überlappungslänge an, sondern nimmt unterproportional zu. Daher wird die aus der Bruchkraft ermittelte Klebfestigkeit mit steigender Überlappungslänge kleiner.

Sowohl bei PP als auch bei PS ist nur bei den kürzeren Überlappungslängen zwischen 6 mm und 12 mm ein stärkerer Zuwachs der Tragfähigkeit der Verbindung zu verzeichnen. Bei Überlappungslängen von 12 mm bis 24 mm bzw. 21 mm ist bei PS die Zunahme nur noch sehr gering; bei PP trat sogar bei der Überlappungslänge von 20 mm ein geringer Verlust an übertragbarer Kraft auf, der vermutlich in der Fertigung dieser Probenserie begründet ist.

Der Kunststoff POM verhält sich anders. Hier ist bei den kürzeren Überlappungslängen von 6 mm bis 12 mm kein Festigkeitszuwachs zu verzeichnen, dafür ist bei den größeren Überlappungslängen von 12 mm bis 20 mm die Klebfestigkeit konstant, d.h. in diesem Bereich wächst die Bruchlast proportional zur Klebfläche. Damit kommt es in diesen Bereichen zu einer verbesserten Materialausnutzung.

Die Ursache für das unterschiedliche Verhalten der Kunststoffe ist in der kunststoffabhängigen Brucheinleitung zu suchen. Bei PS und PP ist die Bruchform an oder in der Kunststoffoberfläche unabhängig von der Überlappungslänge im wesentlichen gleich geblieben. Demgegenüber kam es beim POM zu beträchtlichen Veränderungen im Bruchverhalten, die sich offensichtlich auf die übertragbare Festigkeit ausgewirkt haben.

Der Verlauf des Materialausnutzungsfaktors in Abhängigkeit von der Überlappungslänge läßt erkennen, daß bei den gegebenen Klebpartnern (Kunststoff-Stahl-Araldit AW 106) für PS und PP keine volle Materialausnutzung erreicht werden kann. Bei POM

kann gegebenenfalls bei einer Überlappungslänge von 40 mm die volle Materialausnutzung erreicht werden.

### 6.2.2 Fügeteildicke

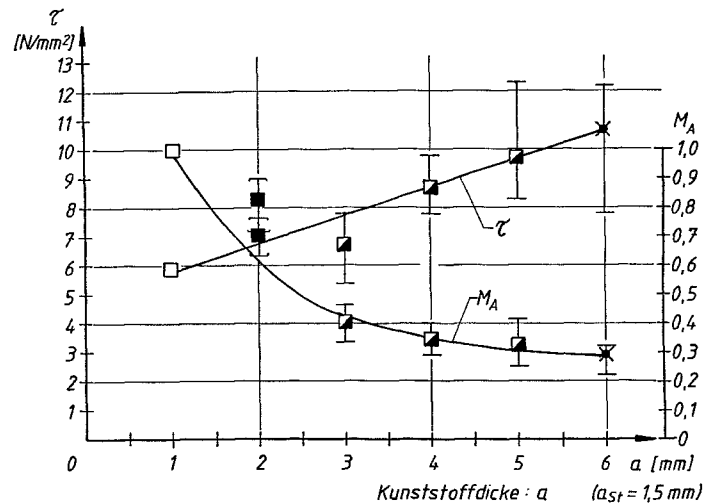
Bei der Ermittlung des Einflusses der Fügeteildicke wurde in einer Versuchsreihe die Dicke des Kunststoffteiles variiert, während das Stahlteil mit 1,5 mm immer gleich stark war. In einer zweiten Reihe sind auf 4 mm dicke Kunststoffteile Bleche unterschiedlicher Materialstärke geklebt worden.

#### 6.2.2.1 Einfluß der Dicke des Kunststoffteiles

In **Bild 6.9** ist der Einfluß der Dicke des Kunststoffteiles auf die Klebfestigkeit von POM-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 dargestellt (Stahl geschmiegelt, Schleifleinen, 100er Korn, POM gebeizt in Chromschwefelsäure 100s, 22°C). Bei den untersuchten Kunststoffdicken bis  $a = 5$  mm versagten die Verbindungen durch Abbrechen der Kunststoffteile. Bei den 6 mm dicken Teilen konnten Anbrüche im Kunststoffteil festgestellt werden.

Es zeigt sich, daß mit zunehmender Dicke der Kunststoffteile die Klebfestigkeit ansteigt. Gleichzeitig fällt die Materialausnutzung jedoch ab. Während sie bei 1 mm dickem POM noch bei  $M_A = 1$  liegt, d.h. der Kunststoff voll ausgenutzt wird, beträgt der Materialausnutzungsfaktor bei 6 mm dickem POM nur noch  $M_A = 0,3$ .

Die bessere Materialausnutzung bei dünnen Kunststoffteilen ist damit zu erklären, daß hier der Querschnitt des Kunststoffteiles besser ausgenutzt wird als bei dickeren Teilen. Das Verhältnis zwischen dem voll tragenden verformungsbehinderten und



**Bild 6.9** Klebfestigkeit von POM-Stahl-Klebverbindungen und Materialausnutzung in Abhängigkeit von der Dicke des POM-Teiles

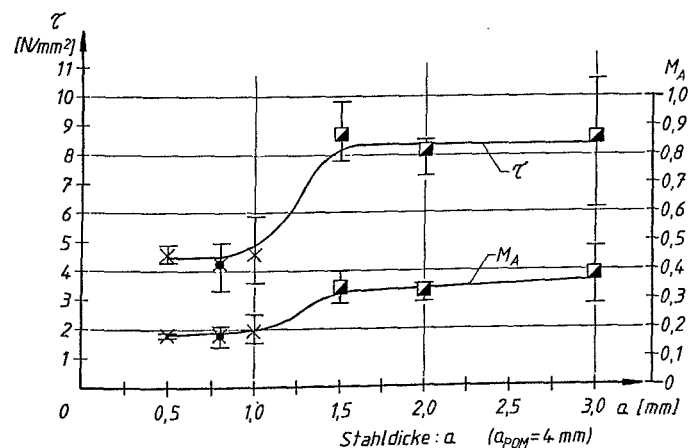
dem nur teilweise tragenden besser verformbaren Restquerschnitt ist bei dünnen Kunststoffteilen günstiger. Außerdem nimmt das Biegemoment mit steigender Fügeteildicke zu, so daß sich bei dickeren Fügeteilen bei gleicher Prüflast eine höhere Vergleichsspannung in den Fügeteilen einstellt.

Die ermittelten Klebfestigkeiten und damit die Materialausnutzungsfaktoren streuen stark. Das ist einerseits in den wechselnden Brucharten der Klebverbindungen begründet. Andererseits muß berücksichtigt werden, daß die unterschiedlich dicken Kunststoffplatten mit verschiedenen Herstellungsparametern gefertigt worden sind und somit im Oberflächenbereich Strukturen mit abweichender Beizbarkeit und unterschiedliche Festigkeiten aufweisen dürften.

### 6.2.2.2 Einfluß der Dicke des Metallteiles

In Bild 6.10 ist der Einfluß der Dicke des Stahlteiles auf die Klebfestigkeit von Stahl-POM-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 dargestellt (Stahl geschmiegelt, Schleifleinen 100er Korn, POM gebeizt in Chromschwefelsäure, 100 s, 22 °C). Es zeigt sich, daß sowohl die Klebfestigkeit als auch die Materialausnutzung mit wachsender Blechdicke ansteigen.

Während bei der Variation der Dicke des Kunststoffteiles im wesentlichen immer die gleiche Bruchform auftritt, d.h. das Kunststoffteil abbricht, verändert sich mit der Blechdicke auch das Bruchverhalten. Werden dicke Bleche auf das POM-Teil geklebt, so bricht das Kunststoffteil ab. Bei dünnen Blechen treten Brüche im Bereich der Klebschicht auf. Dieser Wechsel der Bruchart muß auf die unterschiedliche Steifigkeit der Blechteile zurückgeführt werden. Bei der geringeren Biegesteifigkeit der dünneren Bleche kommt es eher zu Abschälereffekten.



**Bild 6.10** Klebfestigkeit von POM-Stahl-Klebverbindungen und Materialausnutzung des POM in Abhängigkeit von der Dicke des Stahl-Teiles

Das Ergebnis, daß mit steigender Blechdicke höhere Klebfestigkeiten erreicht werden, steht scheinbar im Widerspruch zu der in Kapitel 5.2.1 dargestellten Erkenntnis, daß beim biegefreien Zugscherversuch, d.h. bei sehr steifem Stahlteil, die Klebfestigkeit abfällt.

Beim Vergleich der Ergebnisse muß jedoch berücksichtigt werden, daß die Einspannung der Prüflinge unterschiedlich war. Während beim biegefreien Zugscherversuch kein Verbiegen der Teile möglich ist, können sich sowohl das Stahl- als auch das Kunststoffteil im Zugscherversuch biegen, auch wenn POM auf ein 3 mm dickes Stahlteil geklebt wird. Damit folgt, daß durch die dickeren Stahlbleche die Schälwirkung vermindert wird, da die Teile biegesteifer sind, was sich festigkeitssteigernd auswirkt. Gleichzeitig wird die Verformungsbehinderung im Kunststoffteil jedoch nicht derartig verstärkt, daß es zu Festigkeitsverlusten kommt.

### 6.3 Klebstoff

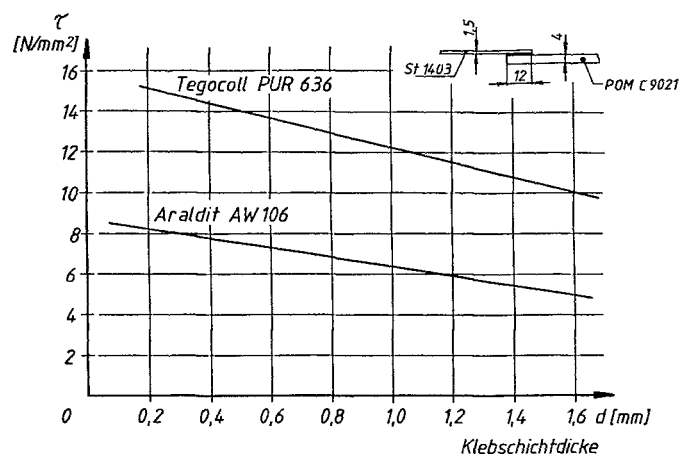
Um den Einfluß des Klebstoffes auf die Klebfestigkeit zu ermitteln, wurden mit zwei unterschiedlichen Klebstofftypen hergestellte POM-Stahl-Klebsverbindungen mit verschiedenen dicken Klebschichten untersucht.

#### 6.3.1 Klebschichtdicke

Der Einfluß der Klebschichtdicke wird in **Bild 6.11** für POM-Stahl-Klebsverbindungen gezeigt (Stahl geschmiegelt, Schleifleinen 100er Korn, POM gebeizt in Chromschwefelsäure, 100 s, 22°C). Für die Klebsverbindungen wurden der Epoxidharzklebstoff Araldit AW 106 und der Polyurethanklebstoff Tegocoll PUR 636 verwendet. Die Proben sind unterschiedlich dick mit Klebstoff



bestrichen und dann zusammengelegt worden. So kam es zur Ausbildung unterschiedlich dicker Klebschichten. Vor der Prüfung wurde die Schichtdicke gemessen.



**Bild 6.11** Klebfestigkeit von POM-Stahl-Klebverbindungen in Abhängigkeit von der Klebschichtdicke

Mit steigender Schichtdicke nimmt die Festigkeit bei beiden eingesetzten Klebstoffen ab. Trotzdem traten sowohl bei den dünnen als auch bei den dicken Klebschichten bei beiden Klebstoffen fast ausschließlich Brüche im Kunststoff auf. Beim PUR-Klebstoff kamen allerdings häufig zum Kunststoffbruch noch Kohäsionsbruchanteile hinzu. Der Festigkeitsabfall mit wachsender Klebschichtdicke ist für beide Klebstoffe etwa gleich groß, auch wenn sich der eine Klebstoff auf einem wesentlich höheren Festigkeitsniveau befindet als der andere.

In **Bild 6.11** sind nur Klebschichten dargestellt worden, die dicker als 0,1 bzw. 0,2 mm waren. Dünnere Schichten sind nur sehr schwer reproduzierbar herzustellen und meßtechnisch zu erfassen. Es wurde daher darauf verzichtet, Klebverbindungen mit dünnen Klebschichten näher zu untersuchen. Bei allen in

dieser Arbeit durchgeführten Versuchen zeigte sich jedoch die Tendenz, daß mit sehr dünnen Klebschichten geringere Klebfestigkeiten erreicht werden. Bei sehr dünnen Klebschichten kommt es bevorzugt zum Abbrechen des Kunststoffteiles bei einem relativ niedrigen Belastungsniveau. Dies kann darauf zurückgeführt werden, daß bei dünneren Klebschichten die Verformungsbehinderung des Kunststoffes durch das Stahlteil stärker zum Tragen kommt.

In diesem Zusammenhang muß weiterhin berücksichtigt werden, daß die Klebschicht in einer Klebverbindung unterschiedliche Dicken annehmen kann. Sie kann sich V-förmig in Längsrichtung der Probe bzw. quer zur Probe ausbilden. Dadurch wird die Ungleichmäßigkeit der Belastung in der Klebschicht und in den Fügeteilen noch weiter verstärkt, wodurch die Klebfestigkeit und das Bruchverhalten beeinflusst werden. Bei der Klebfestigkeit muß daher mit einer erhöhten Streubreite der Ergebnisse gerechnet werden.

Mit einer unterschiedlichen Klebschichtdicke quer zur Probe läßt sich das in **Bild 5.4** gezeigte gleichzeitige Auftreten von zwei unterschiedlichen Bruchformen in einer Klebverbindung erklären. Die klebschichtbedingten unterschiedlichen Spannungszustände führen zu den verschiedenen Bruchformen.

### 6.3.2 Verformungsverhalten des Klebstoffes

Die im Vergleich zum Epoxidharz Araldit AW 106 wesentlich höheren Klebfestigkeiten, die bei Verwendung des Polyurethanklebstoffes Tegocoll PUR 636 erreicht werden, **Bild 6.11**, sind auf die erhöhte Verformungsfähigkeit dieses Klebstoffes zurückzuführen. Polyurethanklebstoffe weisen im Vergleich zu den Epoxidharzen eine größere Verformbarkeit auf /6.2/. Bei einem Klebstoff mit einer erhöhten Verformungsfähigkeit entstehen in der Klebschicht von Metallklebverbindungen in der Klebfuge im linear-elastischen-Bereich der Werkstoffe nicht so hohe Span-

nungsspitzen wie bei einem spröderen Klebstoff /6.3/. Dadurch wird auch das Fügeteil nicht so hoch belastet, so daß der Bruch im Kunststoff erst bei einer höheren Klebfestigkeit erfolgt.

Als weiterer Effekt kommt hinzu, daß durch einen flexibleren Klebstoff die Verformungsbehinderung des Kunststoffes durch das Stahlteil vermindert wird. Auch hierdurch wird die Tragfähigkeit des Kunststoffteiles in der Verbindung erhöht.

Da derzeit für die Verformungsfähigkeit der Klebstoffe noch keine vergleichbaren Angaben der Klebstoffhersteller zur Verfügung stehen, kann die oben gemachte Aussage noch nicht durch Klebstoffkennwerte unterstützt werden. Für weiterführende Untersuchungen sollte die Verformbarkeit der Klebstoffe, z.B. nach DIN 54 451 /6.4/, ermittelt werden, um quantitative Aussagen zum Einfluß der Klebstoffverformbarkeit zu machen.

### 6.3.3. Abbinde­temperatur des Klebstoffes

Die Abbinde­temperatur des Klebstoffes kann die Festigkeit von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen auf zweierlei Weise beeinflussen.

- 1.) Das Abbinden bei erhöhter Temperatur führt bei Metall-Klebverbindungen mit Epoxidharz auf Grund einer größeren Vernetzungsdichte im Klebstoff zu einer höheren Klebfestigkeit. So steigt die Klebfestigkeit der Verbindungen aus geschmirgeltem Aluminium mit Araldit AW 106 entsprechend **Bild 6.12** (nach Herstellerangaben /6.5/). Der gleiche Effekt könnte auch bei Kunststoff-Metall-Klebverbindungen eintreten.
- 2.) Die bei erhöhter Temperatur abgebundenen Klebverbindungen werden auf Raumtemperatur abgekühlt. Dabei können, wegen der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten, Eigen-

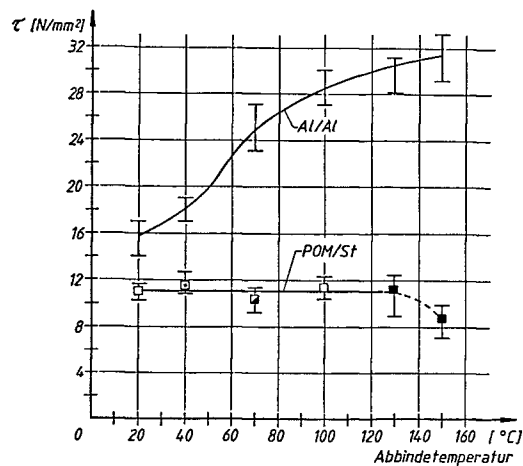
spannungen in der Verbindung entstehen, die die ertragbaren Belastungen der Verbindung herabsetzen.

Zur Klärung des Einflusses der Abbindebedingungen auf die Klebfestigkeit wurden POM-Stahl-Klebinverbindungen mit Araldit AW 106 bei verschiedenen Abbindebedingungen gefertigt. Die linearen Wärmeausdehnungskoeffizienten betragen für POM:  $1,1 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ ; für Stahl:  $0,11 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ . Somit sind in der Klebinverbindung zwei Teile mit einer um den Faktor 10 unterschiedlichen Wärmeausdehnung stoffschlüssig miteinander verbunden. Es muß folglich damit gerechnet werden, daß beim Abbindevorgang bei erhöhter Temperatur Eigenspannungen entstehen.

Die Klebinverbindungen wurden bei den gleichen Abbindebedingungen gefertigt, unter denen der Hersteller die in **Bild 6.12** dargestellten Klebfestigkeiten ermittelt hatte. Die angegebenen Abbindezeiten führen bei den entsprechenden Abbinde Temperaturen an Aluminiumklebinverbindungen zu maximalen Klebfestigkeiten:

21°C	-	5 Tage
40°C	-	15 Stunden
70°C	-	3 Stunden
100°C	-	35 Minuten
130°C	-	20 Minuten
150°C	-	20 Minuten

Das Ergebnis der Untersuchung ist in **Bild 6.12** dargestellt. Es zeigt sich, daß die Klebfestigkeit von Stahl-POM-Klebinverbindungen durch die Abbinde Temperatur im Bereich von 21°C bis 130°C nicht beeinflußt werden. Sie liegen innerhalb eines Streubandes. Nur die für 150°C Abbinde Temperatur ermittelte Klebfestigkeit fällt deutlich ab. Da Hostaform C 9021 jedoch nur bis zu einer Temperatur von 125°C formbeständig ist, könnte dieser Festigkeitsabfall auch auf einer Schädigung des Grundmaterials beruhen. Hierauf deutet auch hin, daß ab 130°C Abbinde Temperatur die Fügestelle stark zerstört wird.



**Bild 6.12** Einfluß der Abbindetemperatur auf die Klebfestigkeit (Abbindezeit temperaturabhängig, wie oben aufgeführt.)

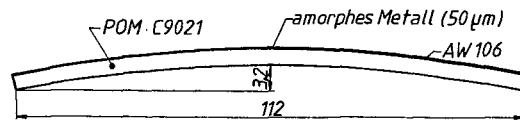
Da bis zur einer Abbindetemperatur von 130°C kein Festigkeitsabfall festgestellt worden ist, ist geprüft worden, ob sich Eigenspannungen bei derartigen Abbindebedingungen einstellen. Es besteht die Möglichkeit, daß auf Grund von Kriechvorgängen, wenn der verwendete Klebstoff bei den höheren Temperaturen noch gut verformungsfähig ist, die Eigenspannungen abgebaut werden.

Für den Versuch wurden fünf Proben aus amorphem Metall, POM und AW 106 gemäß **Bild 6.13** gefertigt; Abbindetemperatur 130 °C. Der Wärmeausdehnungskoeffizient des amorphen Metalls entspricht mit  $0,125 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$  in etwa dem Koeffizienten von St 1403. Die dünne Folie des amorphen Metalles gestattet jedoch eher eine Verformung des Verbundes als 1,5 mm dicke Stahlbleche, so daß Eigenspannungen leichter sichtbar werden können.

Wie **Bild 6.13** zeigt, waren die Proben nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur gebogen. Die Durchbiegung betrug im Mittel

3.2 mm. Hieraus folgt, daß durch den Abbindevorgang bei 130 °C Eigenspannungen entstanden sind.

Die Eigenspannungen, die nach diesem Versuch auch in den POM-Stahl-Klebverbindungen entstanden sind, machen sich im Zugscherversuch nicht bemerkbar. Sie werden von anderen Effekten (z.B. von der Verformungsbehinderung) überdeckt.



**Bild 6.13** Verformung eines Verbundes aus amorphem Metall-POM-Epoxidharz auf Grund von Eigenspannungen durch eine Abbinde­temperatur von 130 °C

#### 6.4 Diskussion des Werkstoff- und Geometrieinflusses

Die in diesem Kapitel dargestellten Versuchsergebnisse stimmen nur zum Teil mit den von anderen Autoren errechneten Ergebnissen überein. Bei dem Vergleich muß jedoch berücksichtigt werden, daß die Berechnungen für Metallklebverbindungen aufgestellt worden sind. Auf die Problematik bei der Übertragung der Ergebnisse von Metallklebverbindungen auf Kunststoff-Metall-Klebverbindungen ist bereits in Kapitel 5.2 hingewiesen worden. Weiterhin gilt, daß die Berechnungen von linear elastischem Werkstoffverhalten ausgehen. Dies ist nicht mehr gegeben, wenn Werkstücke bis zum Bruch belastet werden. Der Vergleich soll dennoch durchgeführt werden, um festzustellen, ob sich Rechen- und Versuchsergebnisse zumindest tendenziell decken, wenn auch z.Z. keine exakte Berechnung möglich ist.

Die Versuchsergebnisse zum Einfluß der Klebschichtdicke stehen im Widerspruch zu den Berechnungen von O. Volkersen /6.6/. Er hat errechnet, daß der "Gütegrad" von Klebverbindungen mit

steigender Klebschichtdicke ansteigt. G. Müller /6.7/ hat jedoch auch an Metallklebverbindungen aus Aluminium und Messing experimentell festgestellt, daß mit steigender Klebschichtdicke die Klebfestigkeit abfällt.

Beim Einfluß der Klebschichtdicke besteht offensichtlich ein Widerspruch zwischen den Rechen- und den Versuchsergebnissen, die sich nur für den Bereich dünner Klebschichten decken. Das gilt sowohl für die Ergebnisse von G. Müller /6.7/, der bei sehr dünnen Klebschichten an Messingklebverbindungen eine Verminderung der Klebfestigkeit festgestellt hat, als auch für die eigenen Versuche. Bei Klebschichtdicken im Bereich unter  $d = 0,1$  mm wurde ebenfalls vielfach eine verminderte Klebfestigkeit festgestellt.

Während G. Müller /6.7/ bei den Metallklebverbindungen als Ursache für die verminderte Klebfestigkeit Klebfehler in Form von "Trockenstellen" vermutet, kann bei Kunststoff-Metall-Klebverbindungen die Verminderung der Klebfestigkeit nicht auf Klebfehler zurückgeführt werden. Ursache für dieses Verhalten ist wahrscheinlich die durch die verminderte Klebschichtdicke erhöhte Verformungsbehinderung im Kunststoffteil, die zum Bruch bei einer relativ geringen Gesamtbelastung führt.

Für Metallklebverbindungen wurde berechnet /6.3/, daß der Spannungsspitzenfaktor der Schubspannung, das ist das Verhältnis zwischen der maximalen und der mittleren Schubspannung, mit fallendem Elastizitätsmodul des Klebstoffes kleiner wird. Damit vermindert sich auch die Belastung in den gefährdeten Bereichen am Überlappungsende der Fügeteile, was zu einer höheren Klebfestigkeit führt. O. Volkersen /6.6/ kommt tendenziell zu einem ähnlichen Ergebnis. In diesem Fall decken sich Versuchs- und Berechnungsergebnisse.

Beim Einfluß der Fügeteildicke gilt nach den Berechnungen, daß mit steigender Dicke des Teiles die Vergleichsspannung im Fügeteil abfällt /6.8/. Mit dickeren Kunststoffteilen müßten

somit höhere Klebfestigkeiten zu erzielen sein. Das stimmt mit den Versuchsergebnissen überein, jedoch wird die Materialausnutzung bei der Verwendung dickerer Fügeteile geringer.

Eine höhere Materialausnutzung kann bei bestimmten Kombinationen der Fügepartner durch eine verlängerte Überlappung erreicht werden, wobei die Klebfestigkeit dann jedoch kleiner wird. Bei Berechnungen wurde festgestellt /6.8/, daß mit steigender Überlappungslänge auch der Spannungsspitzenfaktor der Schubspannung ansteigt, die größte Belastung wird jedoch geringer. Die länger überlappte Probe kann folglich bis zur maximal möglichen Spannung höher belastet werden als eine kürzere. In diesem Falle stimmen Rechnung und Versuch tenziell überein.

Zum Einfluß der Verformbarkeit der Fügeteile auf die Klebfestigkeit wurde für Klebverbindungen von Aluminium mit anderen Werkstoffen für linear elastisches Werkstoffverhalten errechnet /6.8/, daß mit fallendem E-Modul des zweiten Fügepartners der Spannungsspitzenfaktor der Schubspannung ansteigt. Im Gegensatz dazu wurde mit sehr verformungsfähigen Kunststoffen jedoch bei den eigenen Versuchen die besten Materialausnutzungen erreicht.



## **7. EINFLUSS DER KLEBFLÄCHENVORBEHANDLUNG AUF DIE KLEBFESTIGKEIT UND DAS BRUCHVERHALTEN**

Damit Bindungen zwischen dem Klebstoff und dem Füge teil entstehen können, müssen Klebstoff und Füge teiloberfläche nahe aneinander gebracht werden. -Der Abstand zwischen den Molekülen des Klebstoffes und denen der Oberfläche muß weniger als  $5 \times 10^{-8}$  cm betragen /7.1/.- Deshalb müssen nicht haftende Schichten auf den Füge teilen wie Staub und ähnliches entfernt werden. Nach einer Reinigung der Oberfläche können mit vielen Werkstoffen gute Klebfestigkeiten erzielt werden. Bei anderen ist die Klebfestigkeit jedoch so gering, daß diese Verbindungen nicht für konstruktive Einsatzzwecke verwendet werden können. Wenn höhere Festigkeiten benötigt werden, ist eine spezielle Vorbehandlung der Klebfläche notwendig. Dadurch wird die Oberfläche "aktiviert", so daß die Qualität der Bindung zwischen Oberfläche und Kunststoff besser wird.

Das Vorbehandlungsverfahren und die Behandlungsparameter sind auf den zu klebenden Werkstoff und gegebenenfalls auch auf den verwendeten Klebstoff abzustimmen. Nach der Vorbehandlung muß gewährleistet sein, daß in der Liegezeit - der Zeit zwischen Vorbehandlung und Kleben - die Oberfläche sich nicht so verändert bzw. durch äußere Einflüsse verändert wird, daß die verbesserte Klebeignung wieder nachläßt.

Beim Kleben von Metallen reicht in vielen Fällen das Entfetten der Oberflächen als Vorbehandlung aus. Für höhere Anforderungen führt bei Stahl das Schmirgeln oder Strahlen der Oberfläche zu sehr guten Klebfestigkeiten; bei Aluminium und hochlegierten Stählen hat sich eine chemische Oberflächenvorbehandlung durch geeignete Beizmittel als vorteilhaft erwiesen.

Da Kunststoffe gegenüber den Metallen im allgemeinen eine geringere Festigkeit besitzen, wird in Kunststoff-Metall-Kleverbindungen die maximal erreichbare Adhäsion zwischen Klebstoff

und Metalloberfläche für Kurzzeitbelastung nur selten notwendig sein. Daher dürfte bei diesen Verbindungen, auch wenn Aluminium und hochlegierter Stahl verwendet wird, Schmirgeln oder Strahlen als Oberflächenvorbehandlung ausreichend sein.

Die Alterungsbeständigkeit des Adhäsionssystems Metall-Klebstoff bleibt hierbei unberücksichtigt.

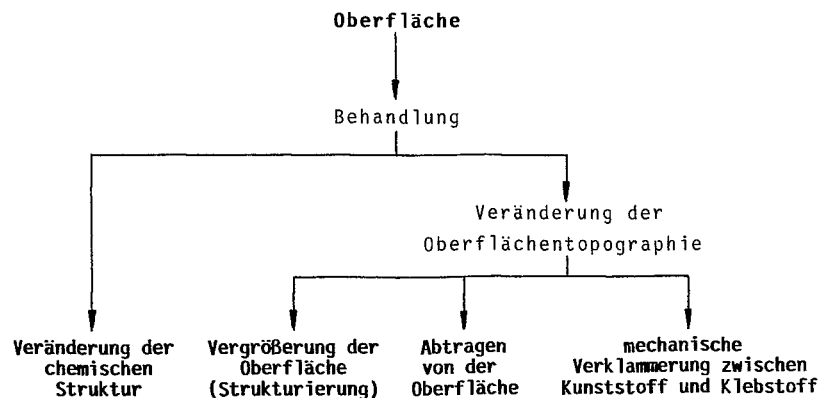
Ausgehend von diesen Überlegungen wurde als Oberflächenvorbehandlung der Metalle das Schmirgeln eingesetzt. Die Richtigkeit der Annahme schien sich dadurch zu bestätigen, daß bei Kunststoff-Metall-Kleilverbindungen, bei denen die Metalloberfläche geschmirgelt war, der verwendete Kunststoff der schwächere Partner war und Brüche am oder im Kunststoff auftraten. Es stellte sich jedoch zu einem späteren Zeitpunkt heraus, daß entgegen den gemachten Annahmen bei Al-POM-Kleilverbindungen durch eine Optimierung der Oberflächenvorbehandlung des Aluminiums doch eine Verbesserung der Klebfestigkeit möglich war. Es besteht daher die Möglichkeit, daß durch eine andere Klebflächenvorbehandlung des Stahles die Klebfestigkeit noch gesteigert werden kann.

Im Gegensatz zu den Metallen ist bei vielen Kunststoffen eine ausreichende Adhäsion ohne eine vorherige Klebflächenvorbehandlung nicht vorhanden. Von den Kunststoffteilen müssen vor dem Kleben Formtrennmittel entfernt werden, die sich von der Herstellung her an der Oberfläche befinden können. Dies kann oft nur durch eine mechanische Behandlung wie Schmirgeln o.ä. geschehen. Zusätzlich ist bei vielen Kunststoffen noch eine spezielle Vorbehandlung notwendig, wenn maximale Klebfestigkeiten erreicht werden sollen.

Eine Vorbehandlung kann die Oberfläche, wie **Bild 7.1** zeigt, in unterschiedlicher Weise verändern.

Je nach Art der Oberflächenvorbehandlung kommen eine oder mehrere Veränderungen in Betracht. Beim Schmirgeln einer Ober-

fläche wird neben einem Materialabtrag fast ausschließlich die Topographie der Oberfläche verändert. Die chemische Struktur hingegen ändert sich kaum, wenn davon abgesehen wird, daß durch das Schmirgeln Oberflächenschichten mit anderen chemischen Strukturen als der des Grundwerkstoffs wie z.B. Oxidschichten oder Spritzgußhäute entfernt werden. Auf den geschmirgelten Oberflächen können dann wieder neue Oxide entstehen.



**Bild 7.1** Wirkungsmechanismen bei Klebflächenvorbehandlungen

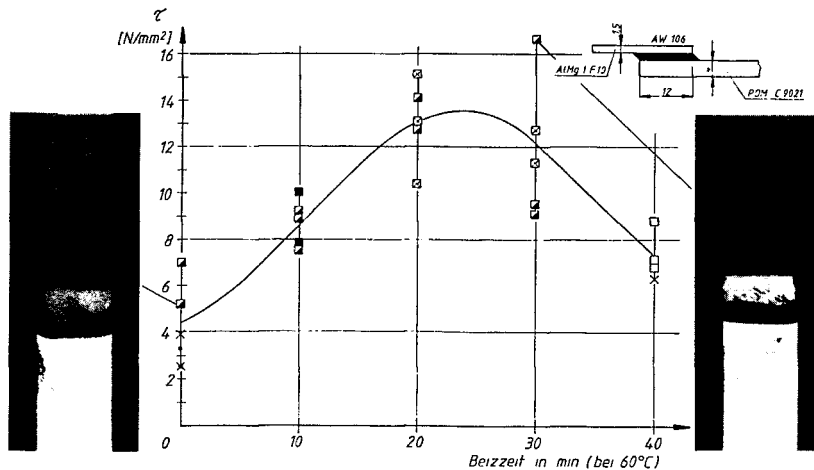
Zu Beginn der chemischen Behandlung einer Oberfläche bleibt deren Topographie noch erhalten; es wird lediglich die chemische Struktur geändert. Erst nach einer längeren Behandlung verändert sich dann auch die Oberflächentopographie. Die Oberfläche kann durch die Vorbehandlung derart geformt werden, daß es zu einer mechanischen Verklammerung zwischen Kunststoff und Klebstoff kommen kann.

Neben diesen Effekten sollen bei einer elektrischen Klebflächenvorbehandlung durch die Bildung von Elektreten auch Veränderungen im "elektrischen" Bereich der Kunststoffe auftreten (siehe Kapitel 7.2.4.3).

### 7.1 Metalloberfläche

Obwohl überwiegend Klebverbindungen aus Kunststoff und Stahl untersucht wurden, ist der Einfluß einer Vorbehandlung der Metalloberfläche an Aluminium-POM-Klebverbindungen ermittelt worden, weil die Aluminiumoberfläche durch Beizen in Chromschwefelsäure beizezeitabhängig gezielt verändert werden kann /7.2/, was zu veränderten Klebfestigkeiten führt. Von Stahl ist mir ein derartiges Verhalten nicht bekannt.

Der Einfluß einer Beizbehandlung des Aluminium in Chromschwefelsäure auf die Klebfestigkeit von Aluminium-POM-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 wird aus **Bild 7.2** ersichtlich. Bei dem Aluminium handelte es sich um AlMg1 F10. Gebeizt wurde mit der in DIN 53 281 angegebenen Lösung bei 60°C. Die POM-Teile sind in den Versuchsreihen nicht variiert worden. Sie wurden bei Raumtemperatur 100 s in Chromschwefelsäure gebeizt.



**Bild 7.2** Einfluß einer Chromschwefelsäurebeizung von Aluminium auf die Klebfestigkeit von POM-Al-Klebverbindungen

Mit Aluminium, das nur gereinigt wurde, konnte eine Klebfestigkeit von  $\tau = 4,5 \text{ N/mm}^2$  erreicht werden. Die höchste Klebfestigkeit wurde nach 20 min Beizdauer mit  $\tau = 13 \text{ N/mm}^2$  erreicht. Erstaunlich bei diesem Ergebnis ist, daß, obwohl bereits bei  $\tau = 5 \text{ N/mm}^2$  Klebfestigkeit die Verbindung im Kunststoffteil am Beginn der Überlappung durch das Aluminiumteil bricht, noch eine beträchtliche Festigkeitssteigerung möglich war. Nach 30 min Beizdauer wurde bei einem Einzelwert mehr als das dreifache der Klebfestigkeit erreicht, bei der erstmals ein Abbrechen des Kunststoffteiles festgestellt wurde. Die unterschiedlichen Klebfestigkeiten müssen auf eine durch die unterschiedlichen Oxidschichten am Aluminium veränderte Brucheinleitung im POM-Teil zurückgeführt werden.

Durch die veränderte Aluminiumoberfläche kann der Belastungszustand in der Klebschicht und im Kunststoffteil in zweierlei Weise beeinflusst werden:

1. Die Fügeiteiloberfläche beeinflusst den Aufbau des Klebstoffes in der Klebschicht /7.3/. Die auf Grund der Beizschicht am Aluminium entstehende Klebschicht kann die Spannungsspitzen besser ertragen und in einem größeren Bereich auf das Kunststoffteil überleiten.
2. Die Oxidschicht ist an der Kraftübertragung vom Kunststoff zum Aluminium beteiligt. Die Dicke der Schicht nimmt mit steigender Beizdauer zu /7.4/. Eine bestimmte Schichtdicke kann den Belastungszustand günstig beeinflussen.

Es muß auch damit gerechnet werden, daß die Brucheinleitung durch beide Vorgänge gleichzeitig beeinflusst wird. Eine abschließende Beurteilung dieser Beobachtung ist z.Z. noch nicht möglich.

## 7.2 Kunststoffoberfläche

Zur Klebflächenvorbehandlung von Kunststoffen steht eine große Anzahl von Verfahren zur Verfügung. Einen Überblick gibt **Tabelle 7.3**. Neben den angegebenen Verfahren selbst sind noch Verfahrensvarianten möglich. Viele Vorbehandlungsmöglichkeiten sind von Lucke /7.5/ beschrieben worden.

Von den Vorbehandlungsverfahren sollen in dieser Arbeit

- die mechanische Oberflächenvorbehandlung durch Schmirgeln,
- die chemische Vorbehandlung durch Beizen und
- die Vorbehandlung im Niederdruckplasma

angewendet werden. Eine mechanische Oberflächenvorbehandlung ist einfach durchzuführen. Das Beizen ist ein bekanntes Verfahren, das zu hohen Klebfestigkeiten führt. Die Vorbehandlung im Niederdruckplasma ist ein noch relativ neues, umweltfreundliches Verfahren.

### Reinigen

#### Mechanisches Aufrauen:

Schmirgeln  
Bürsten  
Strahlen  
skelettierte Oberfläche /7.37/

#### Chemische Vorbehandlung:

Beizen in Bädern  
Behandlung mit Gasen

#### Beflammen:

Gasflamme  
Plasmabogen

#### Elektrische Vorbehandlung:

Corona-Entladung  
Niederdruckplasma

**Tabelle 7.3** Klebflächenvorbehandlungsverfahren für Kunststoffe

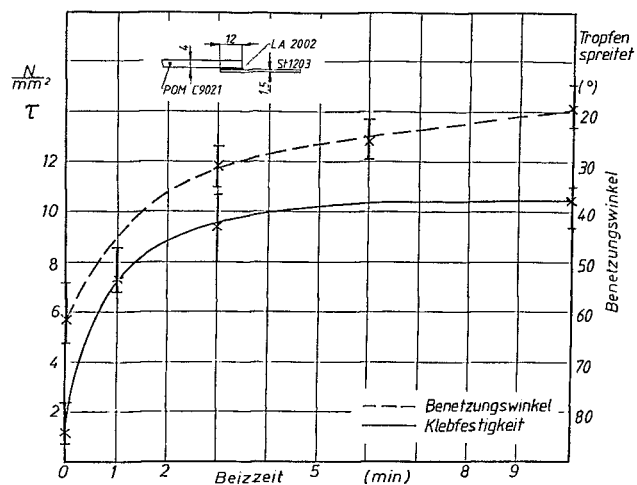
Durch die Untersuchungen soll festgestellt werden, wie sich die Festigkeiten von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen durch eine Vorbehandlung der Kunststoffteile steigern lassen. Gleichzeitig werden die Ergebnisse der Vorbehandlungsverfahren miteinander verglichen, um eine gezielte Auswahl der Verfahren zu ermöglichen.

Zur Klärung der Vorgänge bei einer Klebflächenvorbehandlung, wurden rasterelektronenmikroskopische (REM) Aufnahmen von den behandelten Oberflächen angefertigt.

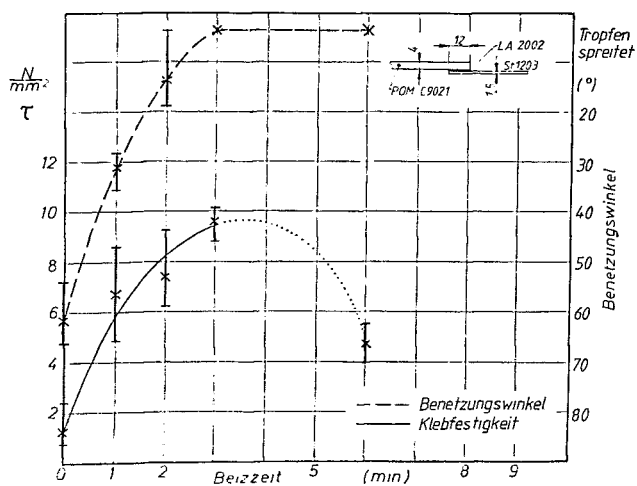
#### 7.2.1 Benetzungswinkel und Klebfestigkeit

Ein gebräuchliches Verfahren, um Hinweise auf die Benetzungsfähigkeit und die Haftungseigenschaften von Oberflächen zu erhalten, sind Benetzungsversuche mit Wasser /7.6/. Diese Methode ist sehr einfach durchzuführen, und es soll, ausgehend von der Benetzungstheorie, ein indirekter Zusammenhang zwischen Benetzung und Klebfestigkeit bestehen /7.7, 7.8/. Es wurde daher versucht, eine Beziehung zwischen der Klebfestigkeit von POM und dem Benetzungswinkel zu finden /7.15/. Dazu wurden POM-Proben unterschiedlich gebeizt und geklebt bzw. mit einem Wassertropfen benetzt. Der Tropfen ist an eine Wand projiziert und der Randwinkel gemessen worden. Die Wiederholgenauigkeit des Verfahrens betrug im Mittel  $\pm 2^\circ$ .

In den **Bildern 7.4, 7.5 und 7.6** ist der Benetzungswinkel eines Wassertropfens auf gebeizten POM-Oberflächen in Abhängigkeit von der Beizzeit aufgetragen. Für die Versuche in **Bild 7.4 und 7.5** wurde mit Chromschwefelsäure gebeizt: **Bild 7.4** bei Raumtemperatur, **Bild 7.5** bei  $50^\circ\text{C}$ . Die Versuche in **Bild 7.6** erfolgte in konzentrierter Phosphorsäure bei  $60^\circ\text{C}$ . Mit steigender Beizzeit wird bei allen Beizverfahren der Benetzungswinkel kleiner. Nach der Benetzungstheorie nimmt mit steigender Benetzung die Haftfestigkeit zu. Demnach müßte mit steigender Beizzeit eine höhere Klebfestigkeit zu erwarten sein.



**Bild 7.4** Benetzungswinkel und Klebfestigkeit von POM in Abhängigkeit von der Beizdauer in Chromschwefelsäure bei 21°C

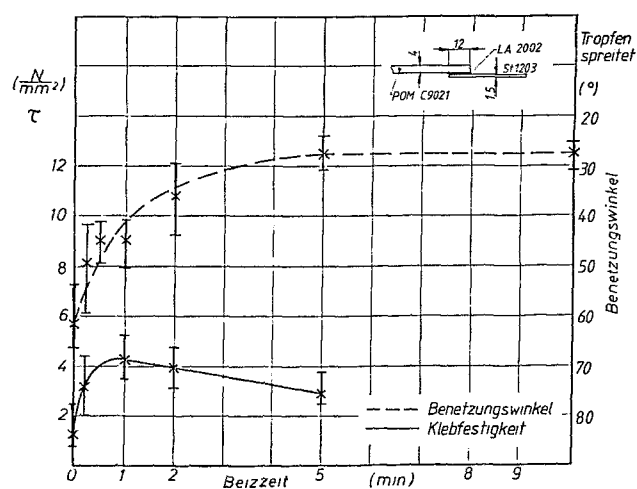


**Bild 7.5** Benetzungswinkel und Klebfestigkeit von POM in Abhängigkeit von der Beizdauer in Chromschwefelsäure bei 50°C



Die POM-Stahl-Klebverbindungen wurden mit dem Methacrylatklebstoff LA 2002 hergestellt. Die in Abhängigkeit von der Beizzeit ermittelten Klebfestigkeiten sind zusätzlich zu den Benetzungswinkeln in die **Bilder 7.4-7.6** eingetragen worden.

Die Klebfestigkeit in Abhängigkeit von der Beizzeit zeigt nur in einem Falle denselben Verlauf wie der Benetzungswinkel, nämlich beim Beizen in Chromschwefelsäure bei Raumtemperatur **Bild 7.4**. Wird der Beizvorgang nicht bei Raumtemperatur, sondern bei erhöhter Temperatur ( $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) durchgeführt, so ist ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Klebfestigkeit und Benetzungswinkel nicht mehr gegeben, **Bild 7.5**. Im Gegenteil: obwohl nach  $t_b = 3$  und  $t_b = 6$  min Beizdauer der Wassertropfen auf der gebeizten Kunststoffoberfläche spreitet, ist die Klebfestigkeit nicht gleich, sondern sie nimmt mit steigender Beizdauer nach überschreiten eines Maximums wieder ab.



**Bild 7.6** Benetzungswinkel und Klebfestigkeit von POM in Abhängigkeit von der Beizdauer in Phosphorsäure bei  $60^{\circ}\text{C}$

Ähnliches gilt auch für das Beizen in Phosphorsäure. Auch hier wird trotz kleiner werdenden Benetzungswinkels die Klebfestigkeit nach Überschreiten eines Maximums geringer, Bild 7.6. In beiden Fällen kann nur in gewissen Bereichen dem Benetzungswinkel die Klebfestigkeit eindeutig zugeordnet werden.

Das Bild 7.7 ist aus den Bildern 7.4, 7.5, und 7.6 zusammengestellt worden. Es zeigt den Zusammenhang von Klebfestigkeit und Benetzungswinkel für die drei durchgeführten Beizungen. Dabei ergeben sich drei unterschiedliche Abhängigkeiten zwischen Benetzungswinkel und Klebfestigkeit. Abhängig vom Beizprozeß ist jeweils ein bestimmter Zusammenhang zwischen Benetzungswinkel und Klebfestigkeit vorhanden.

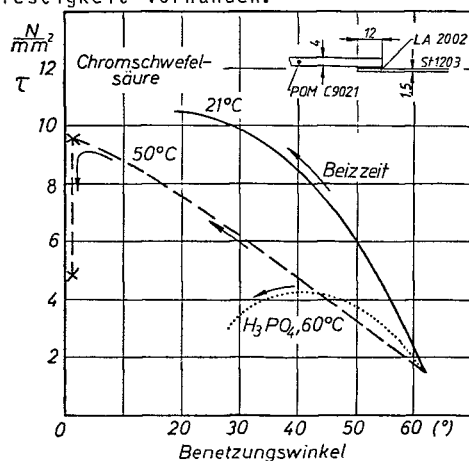


Bild 7.7 Zusammenhang zwischen Benetzungswinkel und Klebfestigkeit von POM

Aus Bild 7.7 kann gefolgert werden, daß aus den Benetzungswinkeln, die sich nach einem Beizvorgang bei POM einstellen, nicht auf die zu erwartende Klebfestigkeit geschlossen werden kann, da kein eindeutiger Zusammenhang zwischen Klebfestigkeit und Benetzungswinkel vorhanden ist. Dieses Ergebnis deckt sich mit Untersuchungen von Eilers /7.9/. Er hat bei seinen Arbeiten mit PP ebenfalls keinen eindeutigen Zusammenhang zwischen Benetzungswinkel und Klebfestigkeit festgestellt.

Die Ursache für die verschiedenen Zusammenhänge zwischen Benetzungswinkel und Klebfestigkeit liegt in der unterschiedlichen Wirkung der Beizbäder bei POM. Wie REM-Aufnahmen der gebeizten Kunststoffoberfläche zeigen - siehe Kapitel 6.2.3.1 -, wird durch das Beizen die Oberfläche sehr stark strukturiert. Diese Oberfläche kann eine Kapillarwirkung auf den benetzenden Wassertropfen ausüben und so durch den Benetzungswinkel einen Oberflächenzustand vortäuschen, der bei einer ebenen Fläche nur durch eine höhere Oberflächenenergie des benetzten Stoffes erreicht wird. Diese Überlegung wird durch Versuchsergebnisse bestätigt: an einer geschliffenen Stahloberfläche ist der Benetzungswinkel eines Klebstoffes, bedingt durch die Kapillarwirkung der Schleifriefen, davon abhängig, ob in Richtung der Riefen oder senkrecht dazu gemessen wird, /7.10/. In Richtung der Schmirgelriefen ergibt sich der kleinere Winkel.

Gleichzeitig kann durch das Beizen der Kunststoff in Bereichen geschädigt werden, die unterhalb der Oberfläche liegen. Der Bruch der Klebverbindung erfolgt dann in diesem geschädigten Bereich und nicht im unbeeinflussten Kunststoff. Die Materialschädigung wird bei der Messung des Randwinkels nicht mit erfaßt. So kann zwar die Oberfläche sehr gut klebbar sein, wenn jedoch die Verbindung der Oberfläche mit dem Grundwerkstoff gestört ist, können keine großen Kräfte übertragen werden. Der beschriebene Schädigungsmechanismus eines Kunststoffes ist für das Beizen von POM in Phosphorsäure nachgewiesen worden, siehe Kapitel 7.2.3.1.3.

Eine Schädigung von Kunststoffen, die die Haftfestigkeit herabsetzen, wurde auch beim Lackieren von Kunststoffen festgestellt /7.11/. Hier verursachte das Lösungsmittel des Lackes Schädigungen im Kunststoff, die bei Belastung zum frühzeitigen Bruch im Kunststoff führten. Bei der Verwendung von nicht schädigenden Lacken wurden wesentlich höhere Lackhaftungen erreicht.

Abschließend sei noch darauf hingewiesen, daß nach Brockmann /7.6/ die Benetzungstheorie versagt, wenn der Bruch nicht an

der Oberfläche der Fügeteile, sondern im Fügeteil oder im Klebstoff erfolgt. Da bei einer guten Klebflächenvorbehandlung von POM der Bruch nicht adhäsiv eintritt, siehe Kapitel 7.2.3.1, bestätigt diese Aussage die Versuchsergebnisse.

### 7.2.2. Mechanische Vorbehandlung

Von den mechanischen Vorbehandlungsverfahren Schmirgeln, Bürsten und Strahlen wurde der Einfluß des Schmirgelns auf die Klebfestigkeit untersucht. In Bild 7.8 ist die Klebfestigkeit von fünf unterschiedlichen POM Typen dargestellt, die mit Araldit AW 106 auf Stahl geklebt worden sind. Nach dem Entfetten der Kunststoffteile wurden sie mit Schleifleinen, 100er Korn, geschmirgelt. Es konnte zwar eine Festigkeitssteigerung gegenüber unbehandeltem POM festgestellt werden, jedoch wurden nicht die maximal möglichen Klebfestigkeiten erreicht. Bei keiner der geprüften Verbindungen ist ein Fügeteilbruch eingetreten.

Die oben beschriebene Vorbehandlung führte auch bei PE(GUR412)-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 nur zu einer geringen Festigkeitssteigerung.

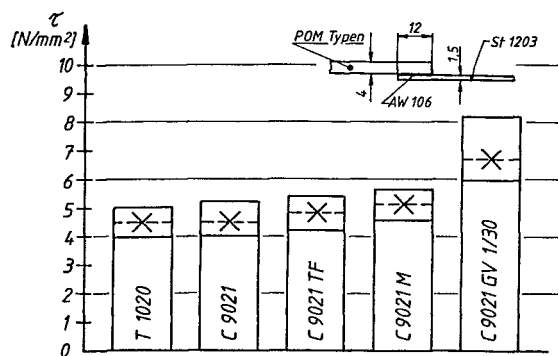


Bild 7.8 Klebfestigkeiten von POM-Stahl-Klebverbindungen, POM geschmirgelt mit 100er Korn

### 7.2.3 Beizen

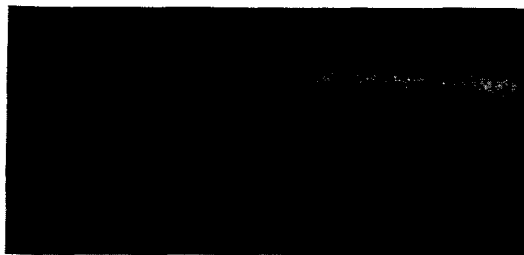
Eine Möglichkeit, Kunststoffe "klebfreudiger" zu machen, ist ihre Behandlung in Beizbädern. Während des Beizens kommt es zu chemischen Reaktionen zwischen der Oberfläche des Kunststoffteiles und der Beize, wodurch die Werkstückoberfläche verändert wird. Die Zusammensetzung der Beizbäder muß auf die zu behandelnden Kunststoffe abgestimmt werden. Eine sehr wirksame Beize ist die Chromschwefelsäure. Wegen des Gehaltes an giftigen Chromaten /7.12/, von denen die Chrom-III-Chromate in atembare Form krebserzeugend sind /7.13/, ist bei ihrer Anwendung besondere Vorsicht geboten. Außerdem ist die Beseitigung der verbrauchten Säure mit hohen Kosten verbunden.

Beizbäder verlieren mit der Nutzungsdauer an Wirksamkeit. Damit nimmt die erreichbare Festigkeit von Klebverbindungen ab. Der Zeitpunkt, von dem an ein Beizbad nicht mehr zu benutzen ist, läßt sich vielfach nur schwer feststellen. Eine Überwachung der Beizbäder ist notwendig. Verbrauchte Beizbäder müssen regeneriert oder beseitigt werden.

Ein weiterer Nachteil des Beizens besteht darin, daß der Beizprozeß häufig durch das Herausnehmen der Teile aus dem Bad und das anschließende Spülen nicht definiert beendet wird. So war beim Beizen von POM in Chromschwefelsäure auch nach intensivem Spülen und zehnminütigem Trocknen bei  $T = 90^{\circ}\text{C}$  noch Formaldehyd, das Zerfallprodukt von POM, wahrnehmbar. Der Beizvorgang ist also während des Trocknens noch weiter vorangeschritten. Damit kommt der Nachbehandlung von Oberflächen nach dem Beizen ebenfalls Bedeutung zu. Zum Einfluß der Nachbehandlung bei POM wurden Untersuchungen von G. Menges und J. Eilers /7.14/ durchgeführt, die ergaben, daß bei einer Trocknung von 10 Minuten bei  $90^{\circ}\text{C}$  die höchsten Klebfestigkeiten erreicht wurden.

Beim Beizen können Spannungsrisse in den Kunststoffen auftreten. Bild 7.9 zeigt einen Spannungsriß in einem spritzgegossenen POM-Teil, das in Chromschwefelsäure gebeizt worden ist. Der

Riß läuft an der Außenkante der Probe entlang, einem Bereich, in dem durch die Abkühlung hohe Eigenspannungen entstanden sind. Bei Versuchen wurde beobachtet, daß bei einer erhöhten Beizbadtemperatur Spannungsrisse nur noch im verminderten Maße oder gar nicht mehr auftraten /7.15/. Da Spannungsrisse nur dann auftreten, wenn im gebeizten Teil Eigenspannungen vorhanden sind, müßte durch ein Tempern der Kunststoffteile die Neigung zu Spannungsrisen vermindert werden können.



**Bild 7.9** Spannungsriß in POM, 5 Minuten bei Raumtemperatur in Chromschwefelsäure gebeizt

Bei teilkristallinen Kunststoffen führt der zweiphasige Aufbau dazu, daß der Angriff der Beizmittel selektiv ist. Die amorphen Bereiche sind wegen der geringeren Kohäsionsenergiedichte der chemischen Zersetzung stärker ausgesetzt als die kristallinen. Wenn die amorphen Bereiche um eine kristalline Struktur herum aufgelöst sind, fällt der kristalline Bereich aus der Werkstückoberfläche heraus, und das Beizmittel hat Zutritt zu neuen Bereichen. Für das Beizen von PE in rauchender Salpetersäure ist dieser Vorgang nachgewiesen worden /7.16/.

Zur Optimierung der Beizwirkung kann neben der Zusammensetzung des Beizbades die Badtemperatur und die Beizzeit variiert werden.

Bei den hier dargestellten Versuchen ist der Beizvorgang wie folgt durchgeführt worden: Die Kunststoffteile wurden in ein Becherglas mit der Beizflüssigkeit gehalten. Durch leichtes

Schwenken der Teile wurde der gleichmäßige Zutritt der Beize an die Oberfläche sichergestellt. Wenn mit Beiztemperaturen oberhalb der Raumtemperatur gearbeitet wurde, so erfolgte die Erwärmung der Beize in einem Wasserbad.

Gebeizt wurde immer unter einem Abzug, damit gegebenenfalls entstehende Dämpfe der Bäder nicht zu Beeinträchtigungen der Arbeitsperson führen können.

Um das Beizbad von Verunreinigungen möglichst frei zu halten und damit immer vom gleichen Oberflächenzustand ausgegangen wird, wurden die Kunststoffteile vor dem Beizen mit Alkohol gereinigt.

Nach dem Ablauf der Beizdauer wurden die Kunststoffe unter fließendem Wasser gespült, um die Beize zu entfernen. Damit nach dem Trocknen der Kunststoffe keine Kalkrückstände auf der Oberfläche zurückbleiben, ist nach dem Spülen mit Leitungswasser noch einmal mit voll entsalztem Wasser nachgespült worden. Anschließend wurden die Teile in einem Warmluftofen 10 Minuten bei 90°C getrocknet. Der Klebstoffauftrag erfolgte, sobald die Proben nach dem Trocknen Raumtemperatur erreicht hatten.

Damit ergibt sich folgender Ablauf des Beizvorganges:

- Reinigen mit Lösungsmitteln, die den Kunststoff nicht angreifen,
- Ablüften des Lösungsmittels, 30 Minuten,
- Beizen,
- Spülen im Leitungswasser,
- Nachspülen mit voll entsalztem Wasser,
- Trocknen bei 90°C, 10 Minuten,
- Abkühlen und
- Klebstoffauftrag.

### **7.2.3.1 Einfluß verschiedener Beizverfahren auf die Klebfestigkeit von Polyoximethylen (POM)**

Im Kapitel 3.2 sind 12 Vorbehandlungsverfahren für POM aufgezählt worden, durch die die Klebfähigkeit verbessert werden kann. Von den angegebenen Verfahren sollen in diesem Kapitel das Beizen im Satinierbad und das Beizen in Chromschwefelsäure, Phosphorsäure und Salzsäure, alles Beizverfahren in Lösungen, miteinander verglichen werden.

#### **7.2.3.1.1 Satinierverfahren**

Das Satinierverfahren als Beizbad für POM beruht auf einem Patent der E.I. du Pont de Nemours & Co Inc /7.17/. Das Beizbad besteht aus:

96,2 Gew.-T. Perchloräthylen  
3,0 Gew.-T. Dioxan  
0,5 Gew.-T. Kieselgur  
0,3 Gew.-T. p-Toluol-Sulfonsäure

In einer Firmenschrift der Ciba-Geigy /7.18/ ist eine andere Badzusammensetzung angegeben:

96,0 Gew.-T. Perchloräthylen  
3,7 Gew.-T. Dioxan  
0,3 Gew.-T. p-Toluol-Sulfonsäure

Diese Diskrepanz war der Anlaß, Versuche zur optimalen Badzusammensetzung durchzuführen. Dazu wurde der Dioxananteil zwischen 3,0 % und 6,0 % und der Kieselguranteil zwischen 0 % und 2,0 % variiert. Der Anteil an Perchloräthylen schwankte zwischen 91,7 % und 96,2 %, während der Anteil an p-Toluol-Sulfonsäure konstant gehalten wurde. Als Klebstoff ist Metallon



LA 2002 verwendet worden. Mit jeder Badzusammensetzung wurde bei einer Badtemperatur von  $90^{\circ}\text{C}$  die Klebfestigkeit in Abhängigkeit von der Beizdauer ermittelt. Die Versuche ergaben, daß an POM-Stahl-Klebverbindungen die maximale Klebfestigkeit bei folgender Badzusammensetzung erreicht wurde:

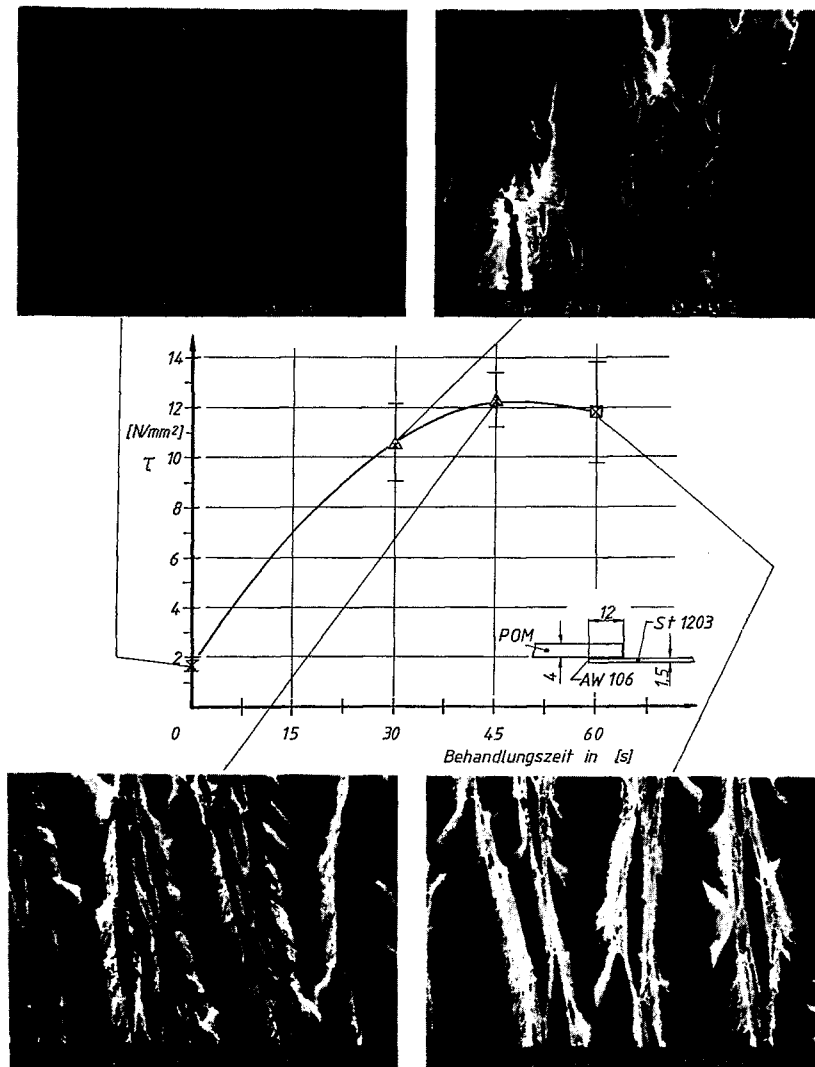
94,7 Gew.-T. Perchlorethylen  
 3,0 Gew.-T. Dioxan  
 2,0 Gew.-T. Kieselgur  
 0,3 Gew.-T. p-Toluol-Sulfonsäure

Der Unterschied der maximalen Klebfestigkeiten zu den anderen Beizbädern war jedoch nicht sehr groß.

**Bild 7.10** zeigt für diese Beizbadzusammensetzung die Veränderung der Klebfestigkeit in Abhängigkeit von der Beizdauer bei einer Badtemperatur von  $T_b = 90^{\circ}\text{C}$ . Gleichzeitig sind in dem Bild REM-Aufnahmen der gebeizten POM-Oberflächen zu sehen. Es zeigt sich, daß mit zunehmender Einwirkungsdauer des Beizbades die Oberfläche immer stärker strukturiert wird. Mit steigender Beizzeit verbreitern und vertiefen sich die Beizfurchen. Wenn nach einer Beizzeit von  $t_b = 45\text{ s}$  die Furchen etwa gleich breit wie die stehengebliebenen POM-Stege sind, wird die maximale Festigkeit erreicht. Längeres Beizen führt zu einer Verminderung der Festigkeit.

Die Beizstruktur ist eine Lamellenstruktur. Wie bereits in Kap. 6.1.1 gezeigt wurde, ist diese Struktur nur im Bereich der Oberfläche vorhanden. Der Kern des Spritzgußteiles ist sphärolitisch ausgebildet. Auf die Entstehung der Lamellenstruktur durch den Spritzgußvorgang soll an dieser Stelle nicht eingegangen werden.

Die durch das Beizen entstandene Oberfläche ist um ein Vielfaches größer als die ursprüngliche Oberfläche, da die steilen Flanken einer Beizfurche einen großen Zuwachs an Oberfläche bringen. Gleichzeitig bietet die Oberflächentopographie dem



**Bild 7.10** Klebfestigkeiten von POM-Stahl-Kleilverbindungen mit Araldit AW 106 und Beizstrukturen des POM in Abhängigkeit von der Beizdauer im Satinierbad

Klebstoff die Möglichkeit der "mechanischen Verklammerung" in den tiefen Furchen. Die gesteigerte Klebfestigkeit kann also sowohl auf einer Vergrößerung der Oberfläche als auch auf der mechanischen Verklammerung beruhen. Es kann jedoch nicht ausgeschlossen werden, daß es auch zu einer chemischen Veränderung der Oberfläche gekommen ist.

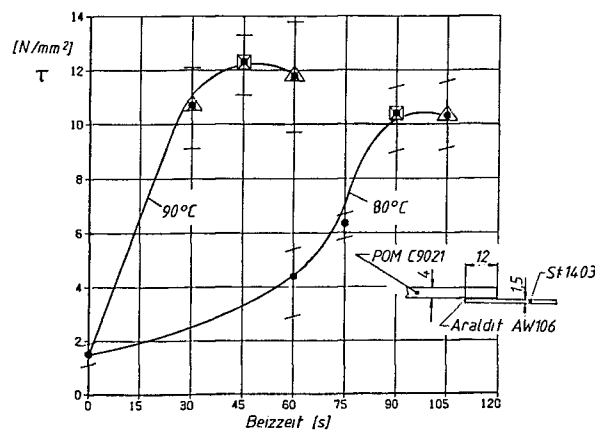
Wenn länger als 45 s gebeizt wird, werden die Stege zwischen den Beizfurchen immer dünner. Dieser Vorgang ist vermutlich für die dann beobachtete verminderte Klebfestigkeit verantwortlich, da die Stege an der Kraftübertragung beteiligt sind. Wenn sie zu dünn werden, fällt die Klebfestigkeit ab.

Das Bruchverhalten der Verbindung ändert sich ebenfalls mit der Beizdauer. Während bei unbehandeltem und bei kurze Zeit gebeiztem POM Adhäsionsbrüche am Kunststoffteil eintreten, kommt es nach längerer Beizbehandlung zu Brüchen im POM. Im **Bild 5.6** ist die Bruchfläche des POM-Teiles einer POM-Stahl-Klebverbindung mit Araldit AW 106 gezeigt worden. - Das POM-Teil wurde  $t_b = 45$  s im Satinierbad gebeizt; bei dieser Beizdauer werden die höchsten Klebfestigkeit erreicht.- Aus den Bruchbildern geht hervor, daß in Teilbereichen bereits die Eigenfestigkeit des Kunststoffes überschritten worden ist, da sich Brüche im Kunststoff eingestellt haben. Damit kann festgestellt werden, daß bei dieser Kunststoff-Metall-Klebstoff-Kombination durch eine längere Vorbehandlungsdauer nur unwesentliche Klebfestigkeitsverbesserungen möglich sind.

Bei einem Vergleich der mit zwei verschiedenen Beiztemperaturen realisierten Klebfestigkeiten, **Bild 7.11**, ergab sich, daß bei einer niedrigeren Badtemperatur nur eine geringere Klebfestigkeit erreicht wird. Durch längeres Beizen kann dieser Festigkeitsunterschied nicht ausgeglichen werden.

Zu einem ähnlichen Ergebnis sind Menges und Eilers beim Beizen von POM in einer Schwefelsäure-Natriumdichromat-Beize gekommen /7.14/.

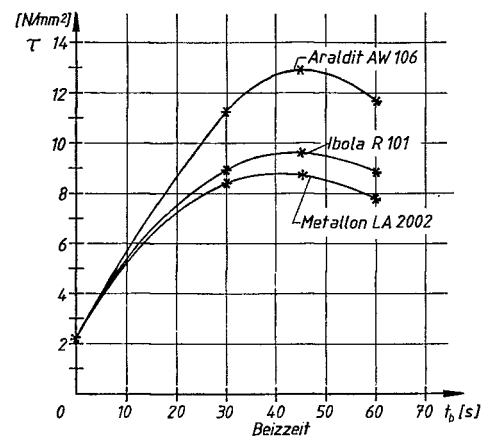
Um zu prüfen, ob die für das Epoxidharz Araldit AW 106 gewonnenen Erkenntnisse auch auf andere Klebstoffe übertragbar sind, wurde die Klebfestigkeit mit dem Methacrylatklebstoff Metallon LA 2002 und dem Polyurethanklebstoff Ibola R 101 in Abhängigkeit von der Beizzeit bestimmt. Die Ergebnisse sind in Bild 7.12 gezeigt und mit den Festigkeiten der Epoxidharzklebverbindungen verglichen worden. Es stellt sich heraus, daß mit allen drei angewendeten Klebstoffen die maximale Klebfestigkeit nach einer Beizzeit von etwa  $t_b = 45$  s erreicht wird.



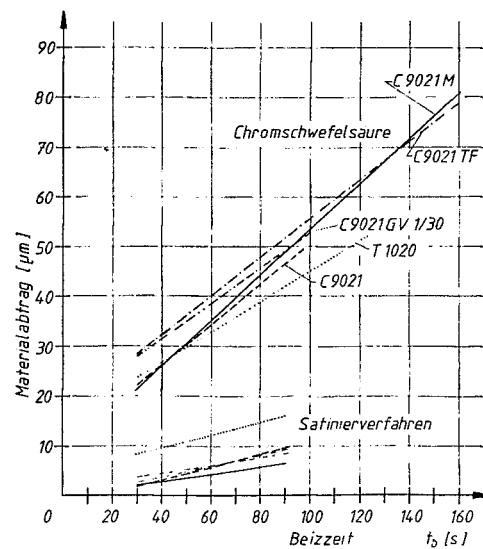
**Bild 7.11** Klebfestigkeit von POM-Stahl-Klebverbindungen, wobei das POM bei unterschiedlichen Beiztemperaturen behandelt wurde.

In Bild 7.13 ist der Materialabtrag durch das Satinierverfahren in Abhängigkeit von der Beizzeit für verschiedene POM-Typen aufgetragen. Der Abtrag ist aus dem gemessenen Gewichtsverlust errechnet worden. Es zeigt sich, daß abgesehen vom Terpolymerisat Hostaform T 1020, alle anderen Abmischungen etwa den gleichen Gewichtsverlust aufweisen. Der Materialabtrag steigt linear mit der Beizdauer an.

Bei einer Beizzeit von  $t_b = 45$  s ergibt sich bei Hostaform C 9021 ein Abtrag von  $5 \mu\text{m}$ . Die entstandene Beizstruktur ist



**Bild 7.12** Klebfestigkeit in Abhängigkeit von der Beizdauer im Satinierbad bei Verwendung unterschiedlicher Klebstoffe



**Bild 7.13** Mittlerer Materialabtrag von der Oberfläche eines POM-Teiles durch das Satinierverfahren und durch das Beizen in Chromschwefelsäure

jedoch keine glatte Fläche, sondern es bilden sich tiefe Beizfurchen, **Bild 7.9**. Ihre Tiefe wurde auf Grund der REM-Aufnahmen auf 10 µm geschätzt. Da die Beizfurchen etwa die Hälfte der Oberfläche einnehmen, kann der Gewichtsverlust im wesentlichen auf die entstandenen Furchen zurückgeführt werden.

#### 7.2.3.1.2 Chromschwefelsäure

Das Beizen von POM mit Chromschwefelsäure ist in der Fachliteratur umstritten. Während es einerseits in Firmenschriften und Veröffentlichungen /7.5, 7.14, 7.18 - 7.20/ als brauchbar erwähnt ist, wird andererseits vor seinem Einsatz gewarnt. Nach diesen Angaben /7.21/ soll das Verfahren zwar zu guten Anfangsfestigkeiten führen, jedoch die Langzeitbeständigkeit der Verbindung dadurch beeinträchtigen, daß der einmal eingeleitete Oxidationsprozeß nicht zum Stillstand kommt. Diese Aussage kann auf Grund der eigenen Untersuchungen nur bedingt bestätigt werden. Wenn nach dem Beizprozeß lediglich gespült wird, so ist noch nach Tagen der Geruch von Formaldehyd, dem Zerfallsprodukt von POM, wahrnehmbar. In diesem Fall hat sich der Zersetzungsvorgang von POM fortgesetzt. Wenn jedoch nach den Beizen eine Nachbehandlung (10 min Trocknen bei 90°C) durchgeführt wird, wie sie von G.Menges und J.Eilers /7.14/ vorgeschlagen worden ist, so kommt es zur Beendigung des Oxidationsvorganges. Dies kann festgestellt werden, weil nach zwei Jahren Freibewitterung keine Beeinträchtigung der gebeizten Proben vorhanden war, siehe Kapitel 8.2.

Für das Beizen in Chromschwefelsäure werden in der angeführten Literatur unterschiedliche Zusammensetzungen des Beizbades und verschiedene Beizparameter angegeben. Es wird jedoch auf die Optimierung der Badzusammensetzung verzichtet, weil G.Menges und J.Eilers /7.14/ mit der von ihnen verwendeten Beize gute Klebfestigkeiten erreicht haben. Bei diesen Versuchen versagten

die POM-POM-Verbindung mit Epoxidharz nach einer entsprechenden Beizdauer im Kunststoffteil.

Die von G.Menges und J.Eilers verwendete Chromschwefelsäure, die auch für die im folgenden dargestellten Versuche eingesetzt wird, setzt sich zusammen aus:

5078 Gew.-T. Schwefelsäure,  $\rho = 1,82 \text{ g/ml}$

120 Gew.-T. destilliertes Wasser

85 Gew.-T. Kaliumdichromat

Die Abhängigkeit der Klebfestigkeit von POM-Stahl-Klebinverbindungen mit EP-Harz von der Beizdauer des POM in Chromschwefelsäure bei  $21^\circ\text{C}$  ist in Bild 7.14 dargestellt. Im Bild sind gleichzeitig die verschiedenen Beizstrukturen der Oberfläche wiedergegeben.

Ähnlich wie beim Satinierverfahren steigt die Klebfestigkeit mit der Dauer des Beizvorganges an. Während beim Satinierverfahren nach dem Überschreiten der maximalen Festigkeit ein Abfall der Festigkeit ermittelt wurde, konnte beim Beizen in Chromschwefelsäure bis zu 10 Minuten Beizzeit kein Abfall festgestellt werden.

Die Oberfläche des POM-Teiles wird sehr schnell verändert. Bereits nach  $t_b = 3 \text{ s}$  Beizdauer ist die Oberfläche stark strukturiert. Die Lamellenstruktur, die beim Satinierverfahren erst nach  $t_b = 45 \text{ s}$  Beizzeit deutlich hervortritt, ist nur schwach zu erkennen. Die Beizfurchen sind jetzt schon so tief wie beim Satinierverfahren nach  $t_b = 45 \text{ s}$ . Nach  $t_b = 10 \text{ s}$  Beizdauer ist die Lamellenstruktur völlig verschwunden; es bildet sich eine andere Oberfläche. Über der Beizstruktur liegen noch zerfetzte helle Strukturen, vermutlich Reste von kristallinen Bereichen der ehemaligen Oberfläche.

Eine Beizdauer von  $t_b = 100 \text{ s}$  führt zur maximalen Klebfestigkeit. Die sich ausbildende Struktur weist viele Möglichkeiten für eine mechanische Verklammerung des Klebstoffes auf. Eine

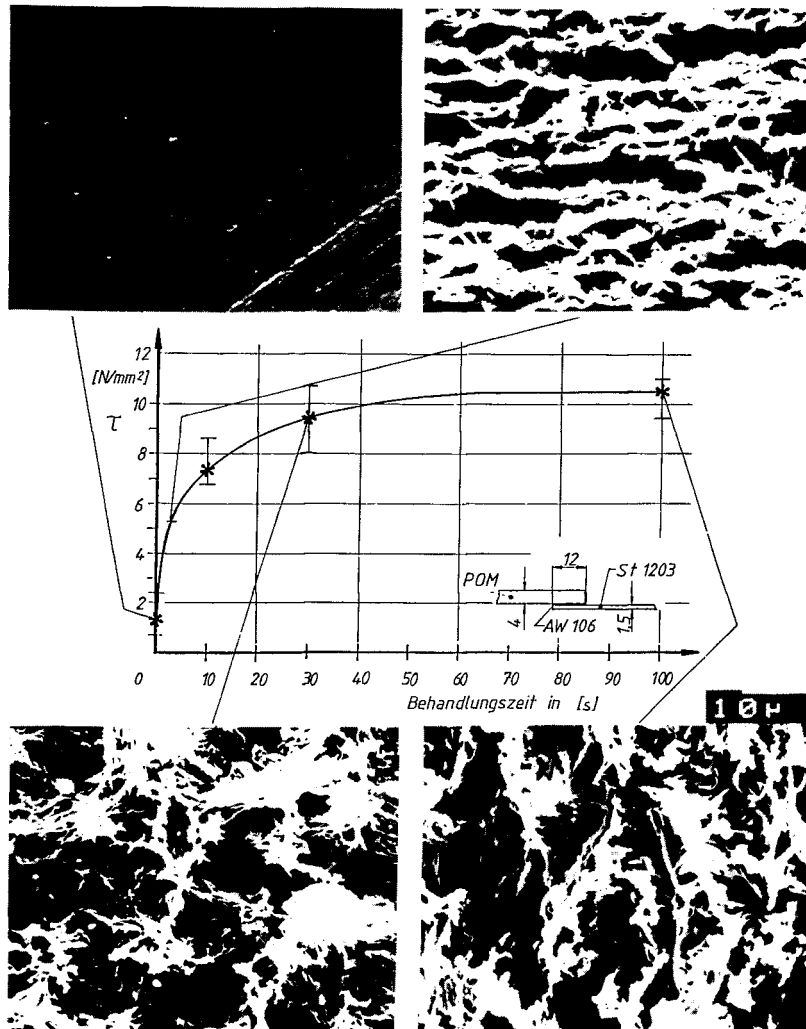


Bild 7.14 Klebfestigkeit von POM-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 und Beizstruktur des POM in Abhängigkeit von der Beizdauer des POM in Chromschwefelsäure (ohne Bruchsymbole)



Vergrößerung der Oberfläche tritt ebenfalls ein, sie ist jedoch nicht so stark wie beim Satinierverfahren.

In **Bild 7.13** ist der Materialabtrag für das Beizen in Chromschwefelsäure dargestellt. Der Abtrag ist bei allen POM-Typen in etwa gleich; er steigt linear mit der Beizdauer an.

Für den Beizvorgang ist mit der energiedispersiven Analyse des Rasterelektronenmikroskops untersucht worden, ob Änderungen der chemische Zusammensetzung der Oberfläche vorliegen, die zur Verbesserung der Klebfestigkeit beigetragen haben können. Beim Galvanisieren von PP konnte gezeigt werden, daß eine Vorbehandlung mit Chromschwefelsäure zu einer Anlagerung von Chrom-, Schwefel- und Phosphor-Verbindungen führt. Die Belegung des Kunststoffes beeinflusste die Abzugsfestigkeit der galvanisch abgeschiedenen Metallschicht /7.38/.

In **Bild 7.15** sind die Analysen von einer unbehandelten und von drei gebeizten ( $t_b = 10, 30, 100$  s) Proben wiedergegeben. Bei der unbehandelten Probe ragt nur ein kleiner Silizium (Si)-Peak aus dem Grundrauschen heraus. Mit steigender Beizdauer bilden sich ein Kalzium (Ca)- und ein besonders starker Schwefel (S)- Peak heraus. Außerdem findet sich noch kleine Kalium (K)- und Chlor (Cl)- Peaks. Die Änderungen in der Oberflächenanalyse zeigt an, daß durch die Vorbehandlung Chlor, Kalzium und vor allem Schwefel an der Oberfläche angelagert worden sind. Während die Anwesenheit von Chlor und Kalzium auf den Spülvorgang zurückgeführt werden können, da diese Elemente im Leitungswasser enthalten sind /7.12/, muß der Schwefel durch den Beizvorgang an die Oberfläche gelangt sein. Schwefel ist in der Chromschwefelsäure enthalten. Kalium kann sowohl durch das Beizen als auch durch das Spülen an die Kunststoffoberfläche gelangt sein, da Kalium im Beizbad und ebenfalls im Spülwasser vorhanden ist.

Die in **Bild 7.15** gezeigten Analysen sind Integralanalysen größerer Oberflächenbereiche. Bei einer näheren Untersuchung

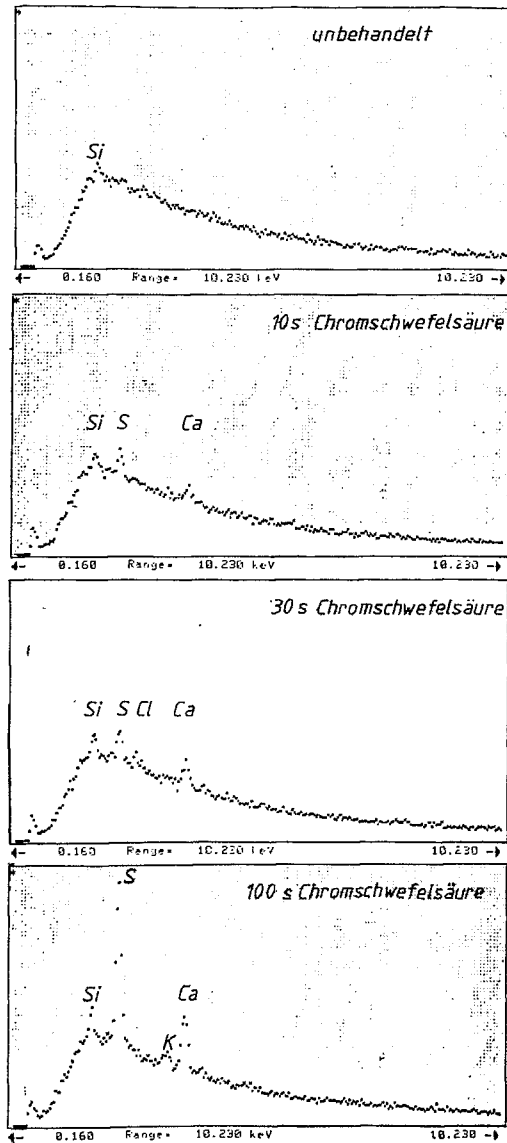
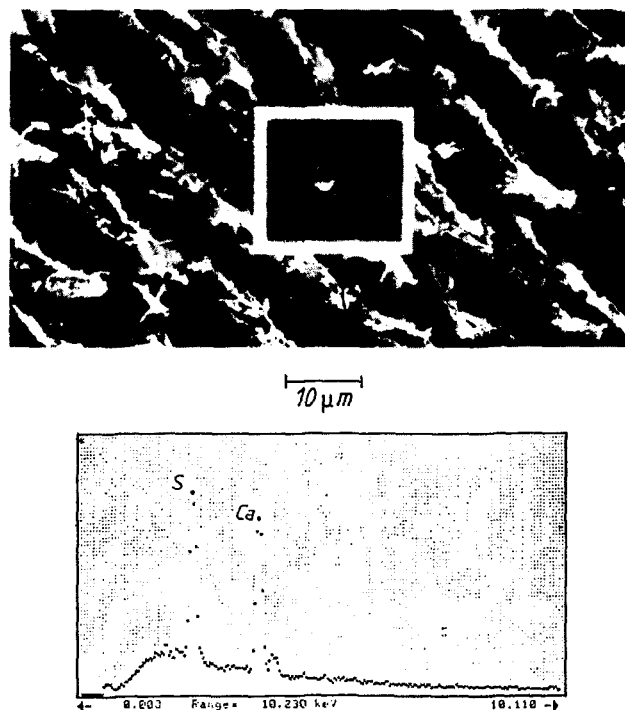


Bild 7.15 Energiedispersive Analyse von unvorbehandelten und geätzten POM-Oberflächen

der mit  $t_b = 100$  s gebeizten Oberfläche ergab sich, daß die Elemente nicht gleichmäßig auf der Oberfläche verteilt sind, sondern punktwiese gehäuft auftreten. In **Bild 7.16** und **Bild 7.17** sind Punktanalysen von unterschiedlichen Bereichen der Beizstruktur dargestellt. - Die Punktanalyse erfaßt einen Bereich mit dem Durchmesser von  $d = 6 \mu m$  /7.22/. - Die Analyse in **Bild 7.16** bezieht sich auf das kugelförmige Gebilde, das im umrahmten Bereich auf der Beizstruktur aufsitzt. Es zeigt sich, daß diese Analyse die gleichen Peaks aufweist wie die Integralanalyse der Beizfläche in **Bild 7.15**.



**Bild 7.16** Energiedispersive Punktanalyse der Beizstruktur  
unten: Analyse, oben: Beizstruktur

In Bild 7.17 sind die Punktanalysen von der Spitze und vom Grund der im Bild 7.16 gezeigten Beizstruktur wiedergegeben. Die Analyse der Spitze ergibt bis auf den kleinen Kalzium-Peak das gleiche Signal wie eine unvorbehandelte Fläche; die Analyse des Grundes der Beizstruktur zeigt kleine Schwefel- und Kalzium-Peaks.

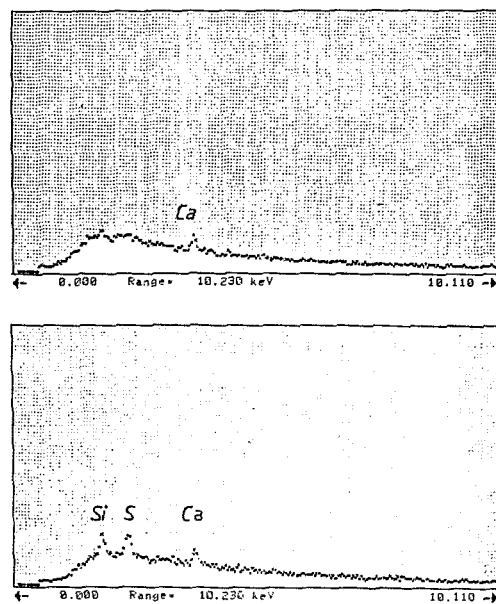


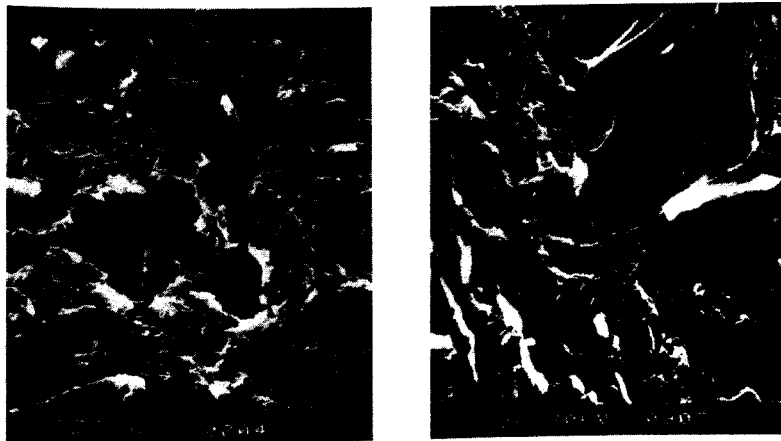
Bild 7.17 Punktanalyse der Spitze (oben) und der Grundes (unten) der Beizstruktur.

Aus den Analysen folgt, daß Schwefel und Kalzium auf der Beizstruktur in kleinen, kugelförmigen Gebilden angetroffen wird. Der weit überwiegende Teil der Oberfläche ist durch das Beizen in Chromschwefelsäure nicht verändert worden. Lediglich auf dem Grund der Beizstruktur sind geringe Mengen an Schwefel und Kalzium vorhanden. Hierbei kann es sich um beim Spülvorgang nicht entfernte Reste des Beizbades handeln.

Die Aussage, daß die Oberfläche durch das Beizen chemisch nicht verändert wurde, gilt nur für den qualitativen (Elemente schwerer als Neon) und quantitativen Nachweisbereich der mit dem Rasterelektronenmikroskop durchgeführten energiedispersiven Analyse. Eine Oxidation der Oberfläche oder Oberflächenreaktionen mit Wasserstoff konnten daher nicht nachgewiesen werden.

Im Gegensatz zum oben erwähnten Vorgang beim Metallisieren wurde kein Zusammenhang zwischen angelagerten Bestandteilen des Beizmittels und der gesteigerten Klebfestigkeit festgestellt.

In **Bild 7.18** sind zwei Bruchstrukturen gezeigt: links die Bruchstruktur eines POM-Teiles, rechts der Bruch des POM-Teiles einer POM-Stahl-Klebverbindung mit Araldit AW 106, in der das POM-Teil  $t_b = 100$  s bei Raumtemperatur in Chromschwefelsäure vorbehandelt worden ist. Da beide Bruchstrukturen einander ähnlich sind, folgt, daß die geklebte Verbindung im POM-Teil gebrochen ist.



**Bild 7.18** Bruchstrukturen von POM; links: Struktur eines Bruches im POM; rechts: Bruchstruktur im Klebbereich

Da bei einer Beizdauer von  $t_b = 100 \text{ s}$  bei  $T_b = 22^\circ\text{C}$  ein Bruch im Grundwerkstoff eintritt, kann für diese Kunststoff-Klebstoff-Metall-Kombination durch veränderte Vorbehandlungsparameter die Klebfestigkeit nicht mehr gesteigert werden.

Für die oben angegebenen Beizparameter ist mit dem Klebstoff Ibola R 101 überprüft worden, ob die Beizstruktur auch für das Kleben mit Polyurethanklebstoffen geeignet ist. Da die Proben bei  $\tau = 9,4 \text{ N/mm}^2$  kohäsiv im Klebstoff versagten, folgt, daß die Adhäsion zwischen dem Klebstoff und der gebeizten Oberfläche gut war.

#### 7.2.3.1.3 Phosphorsäure

Auch das Beizen von POM in Phosphorsäure wird bei verschiedenen Autoren erwähnt, ohne daß jedoch konkrete Beizparameter und erzielte Klebfestigkeiten angegeben werden [7.21, 7.23, 7.24/.

In Bild 7.19 ist die Veränderung der Klebfestigkeit und der Oberflächenstruktur von POM durch das Beizen in konzentrierter Phosphorsäure bei  $60^\circ\text{C}$  dargestellt. Die durch diese Vorbehandlung maximal erzielbare Klebfestigkeit ist nicht so hoch wie bei den beiden anderen besprochenen Beizverfahren.

Die Oberflächenstruktur verändert sich beim Beizen in Phosphorsäure, nachdem sie sich einmal gebildet hat, bis zum Erreichen der maximalen Klebfestigkeit nur wenig. Längere Beizzeiten führen zu einer starken Zerstörung der Oberfläche, was sehr wahrscheinlich die Ursache für den Abfall der Klebfestigkeit ist.

Die Lamellenstruktur bildet sich auch bei diesem Beizverfahren heraus. Sie wird jedoch nicht so deutlich ausgebildet wie beim Satiniervorgang. Die Oberfläche wird nur relativ gering vergrößert und es entstehen auch nur wenige Möglichkeiten einer mechanischen Verklammerung.

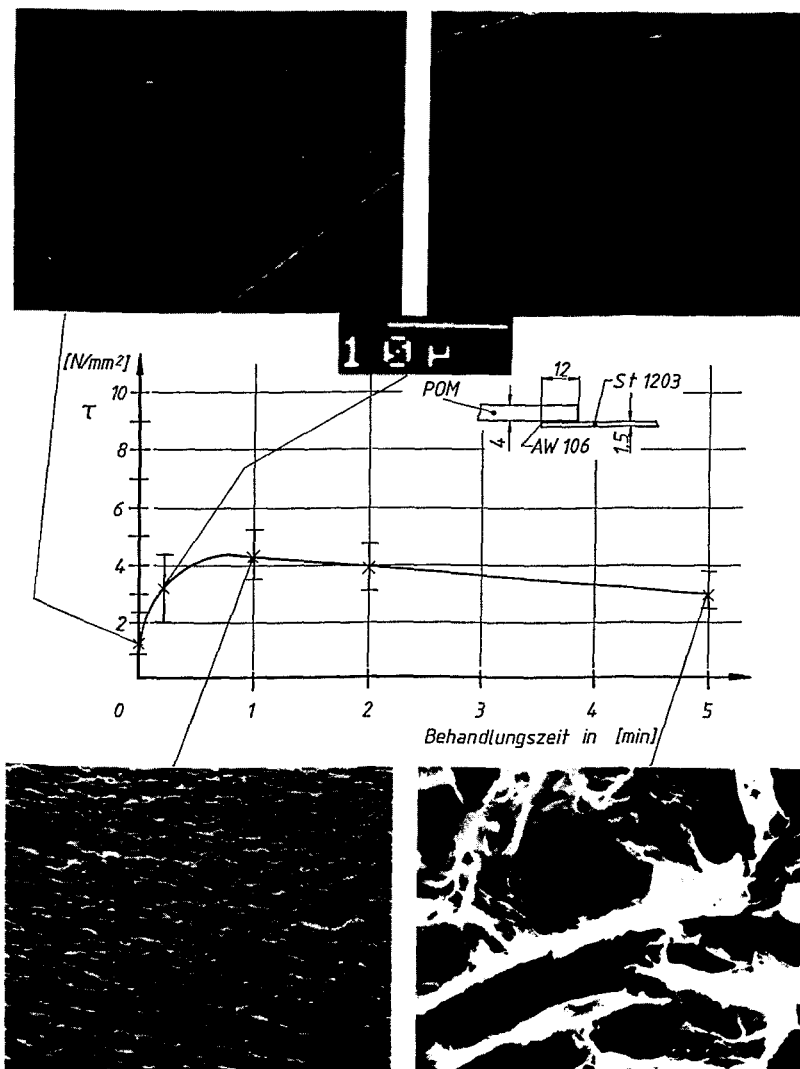
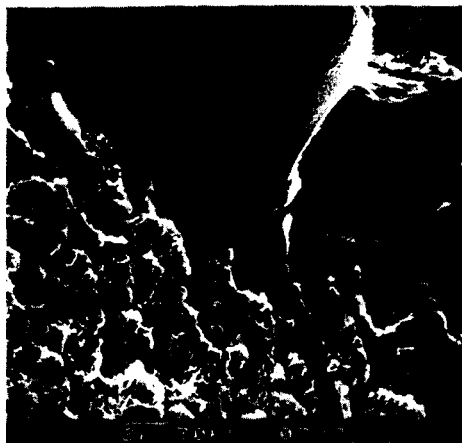


Bild 7.19 Klebfestigkeit von POM-Stahl-Klebverbindungen mit Metallon LA 2002 und Beizstruktur des POM in Abhängigkeit von der Beizdauer in Phosphorsäure

Das **Bild 7.20** zeigt die Bruchstruktur des POM-Teiles einer POM-Stahl-Klebverbindung mit Metallon LA 2002. Das POM-Teil ist vor dem Kleben 60 s in Phosphorsäure gebeizt worden. In der oberen Hälfte des **Bildes 7.20** ist ein Bruch im Klebstoff zu sehen. Der Klebstoff ist daran zu erkennen, daß er auf der übrigen Bruchstruktur aufsitzt und glatt gebrochen ist. Die untere Bildhälfte zeigt einen Bruch im durch den Beizvorgang beeinflussten Oberflächenbereich des POM-Teiles. Dies wird dadurch deutlich, daß einerseits die Beizstruktur aus Bild 7.19 gut zu erkennen ist. Andererseits liegt jedoch kein Adhäsionsbruch vor, wie sich beim Vergleich mit Bild 7.19 ergibt.



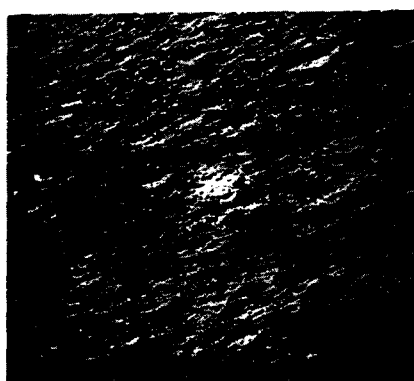
**Bild 7.20** Bruchfläche eines phosphorsäurevorbehandelten POM-Teiles

Aus dem Bruchbild und der relativ niedrigen Klebfestigkeit folgt, daß durch das Beizen in Phosphorsäure die Oberfläche des POM-Teiles geschädigt worden ist. Auf Grund der Schädigung versagte die Verbindung bei einem relativ niedrigen Festigkeitsniveau im geschädigten Bereich des Kunststoffs.



#### 7.2.3.1.4 Salzsäure

Durch Beizen von POM in Salzsäure kann die Klebfestigkeit von POM gesteigert werden /7.25/. Bei einer Beizzeit von  $t_b = 2$  min, Badtemperatur  $21^\circ\text{C}$ , ergibt sich für POM-Stahl-Klebverbindungen mit Methacrylat Metallon LA 2002 eine Klebfestigkeit von  $\tau = 6 \text{ N/mm}^2$ . Diese Festigkeit entspricht der durch Phosphorsäurevorbehandlung erreichbaren Klebfestigkeit.



**Bild 7.21** Beizstruktur von salzsäuregebeiztem POM  
( $T_b = 22^\circ\text{C}$ ,  $t_b = 120 \text{ s}$ )

Die Beizstruktur, **Bild 7.21**, ähnelt der beim Beizen mit Phosphorsäure entstehenden Struktur, **Bild 7.19**. Damit kann erklärt werden, daß beide Vorbehandlungen zu ähnlichen Klebfestigkeiten führen.

#### 7.2.3.2 Einfluß des Beizens von Polyethylen (PE) auf die Klebfestigkeit

Für das Beizen von PE werden neben der Chromschwefelsäure /7.9; 7.18, 7.19/ auch noch Beizbäder aus  $\text{H}_2\text{SO}_4$  und  $\text{HNO}_3$  bzw.  $\text{HCl}$ -Gemischen angegeben /7.26/. In Vorversuchen stellte sich

heraus, daß bei einer Vorbehandlung mit Chromschwefelsäure die besten Ergebnisse erzielt werden. Die verwendete Chromschwefelsäure setzte sich zusammen aus:

85 Gew.-T. Kaliumbichromat  
120 Gew.-T. dest. Wasser  
5078 Gew.-T. konz. Schwefelsäure

Gebeizt wurde bei einer Badtemperatur von 80°C.

In Bild 7.22 ist die Festigkeit von PE-Stahl-Kleerverbindungen mit Araldit AW 106 in Abhängigkeit von der Beizdauer des PE in Chromschwefelsäure gezeigt. Nach 2 min Beizzeit ist die maximale Klebfestigkeit erreicht. Durch längeres Beizen ändert sich nur noch die Bruchform.

Bei Beizzeiten bis 2 min versagen die Teile überwiegend adhäsiv am PE-Teil. Ab 4 min Beizdauer kommen zusätzlich noch Materialbrüche vor. Wird noch länger gebeizt:  $t_b = 6$  und 8 min, so brechen die PE-Teile nicht mehr ab, sondern sie werden gestreckt. Erst nach größerer Dehnung des PE-Teiles erfolgt der Bruch der Verbindung, wie in Bild 5.13 gezeigt.

Ab 2 min Beizdauer tritt eine leicht bräunliche Verfärbung des PE auf. Wird bei 90°C gebeizt, so verfärben sich die Teile bereits nach 1 min Beizbehandlung.

Die Oberfläche der PE-Teile wird durch das Beizen in ihrer Topographie nur wenig verändert. In Bild 7.23 ist die Oberfläche eines in Chromschwefelsäure gebeizten ( $T_b = 90^\circ\text{C}$ ,  $t_b = 300$  s) PE(GUR 412)-Teiles mit der eines unbehandelten PE-Teiles verglichen. Es zeigen sich nur geringfügige Änderungen in der Feinstruktur der Oberfläche. In die ursprünglich glatte Struktur sind kleine, flache Mulden gebeizt worden. Eine Veränderung der Grobstruktur der Oberfläche hat nicht stattgefunden. Eben- sowenig konnte ein Abtrag von der Oberfläche festgestellt werden.

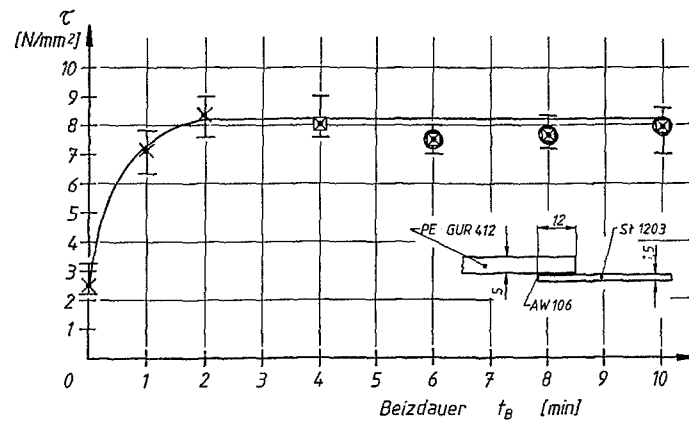


Bild 7.22 Klebfestigkeit von PE-Stahl-Klebverbindungen in Abhängigkeit von der Beizzeit des PE in Chromschwefelsäure

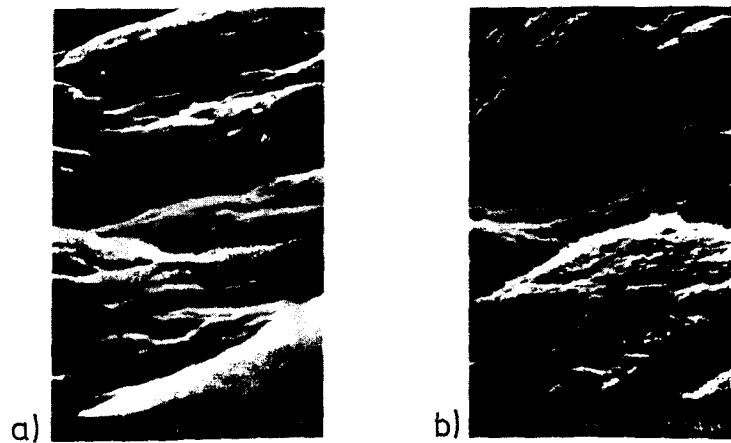


Bild 7.23 Vergleich unvorbehandelter und in Chromschwefelsäure gebeizter PE (GUR 412) Oberflächen  
a) unbehandelt, b) gebeizt ( $T_b = 90^\circ\text{C}$ ;  $t_b = 300\text{ s}$ )

### 7.2.3.3 Einfluß des Beizens von Polystyrol (PS) auf die Klebfestigkeit

Bei PS-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 wird ohne Klebflächenvorbehandlung eine Klebfestigkeit von  $5,5 \text{ N/mm}^2$  erreicht. Damit ist die Klebfestigkeit von unvorbehandeltem PS höher als bei unvorbehandelten POM und PE. Da bei den Verbindungen der Bruch adhäsiv erfolgt, müßte durch eine Klebflächenvorbehandlung eine Steigerung der Klebfestigkeit möglich sein.

Es wurde daher versucht, durch Beizen des PS die Klebfestigkeit zu steigern. Dazu sind die PS-Teile zwischen  $t_b = 2 \text{ s}$  und  $t_b = 120 \text{ s}$  in Chromschwefelsäure, Zusammensetzung wie oben, gebeizt und anschließend mit Araldit AW 106 auf geschmirgelten Stahl geklebt worden.

Die Vorbehandlung führte zu keiner Steigerung der Klebfestigkeit. Bereits nach  $t_b = 2 \text{ s}$  Beizdauer brachen die Kunststoffteile im Bereich der Überlappung ab. Der Bruch verlief, wie Bild 7.24 zeigt, am Klebwulst entlang. Durch das Beizen des PS mit Chromschwefelsäure war eine Veränderung der Klebfestigkeit nicht möglich; es änderte sich bei gleicher Klebfestigkeit jedoch das Bruchverhalten der Verbindung.



$$M_A = 0,54$$

$$\tau = 5,5 \text{ N/mm}^2$$

Bild 7.24 Bruchverlauf bei PS-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106

#### 7.2.4 Vorbehandeln im Niederdruckplasma

Da mit wachsender Verwendung von Kunststoffen für konstruktive Anwendungen deren Klebbarkeit immer größere Bedeutung erhält und Vorbehandlungen mit umweltbelastenden Verfahren nur mit Vorbehalt eingesetzt werden können, dürften umweltfreundliche Vorbehandlungen, wie die Vorbehandlung im Niederdruckplasma, im folgenden kurz Plasmabehandlung genannt, eine steigende Bedeutung erlangen. Die Umweltfreundlichkeit des Verfahrens ist insbesondere darin begründet, daß keine verbrauchten Beizbäder anfallen, die mit hohem Aufwand beseitigt werden müssen, und daß der Prozeß in einem geschlossenen System abläuft und somit ein unkontrolliertes Entweichen von Schadstoffen nicht möglich ist. Die bei der Plasmabehandlung gegebenenfalls entstehenden Schadstoffe fallen nur in sehr geringem Umfang an und können leicht abgefangen und behandelt werden. Da die verwendeten Gase nicht giftig sind, geht von ihnen keine Gefährdung aus.

Die Anwendung des Verfahren ist einfach und sauber, da weder Beizbadansätze noch -überwachungen erfolgen müssen. Als Vakuumprozeß läuft die Behandlung im geschlossenen System ab und weist daher eine hohe Arbeitsplatzsicherheit auf.

Die Plasmavorbehandlung kann bei unterschiedlichen Kunststoffen eingesetzt werden. Ein Wechsel der zu behandelnden Kunststoffe ist ohne Änderung im apparativen Aufbau möglich. Hierzu sind lediglich die Prozeßparameter für den neuen Kunststoff am Gerät einzustellen. Gegebenenfalls muß noch das Prozeßgas gewechselt werden.

Ein Nachteil der Plasmabehandlung sind die relativ hohen Investitionskosten für eine Plasmaanlage. Dem stehen jedoch die geringen Betriebskosten gegenüber. Bei Kostenvergleichen in der Leiterplattenindustrie zwischen Plasmaätzen und einfachen Tauchprozessen in Beizbädern erwies sich das Plasmaätzen als das günstigere Verfahren /7.26/.

Als weiterer Nachteil hat sich die Notwendigkeit z.T. längerer Behandlungszeiten (30 min für POM) und die diskontinuierliche Arbeitsweise herausgestellt.

Bei den bisher durchgeführten Untersuchungen zur Vorbehandlung von Kunststoffen im Niederdruckplasma standen oft nur Anlagen zur Verfügung, die zu Versuchszwecken gebaut wurden, so daß die Übertragbarkeit der Ergebnisse z.T. nur in begrenztem Maße möglich ist. Es ist daher notwendig zu prüfen, ob und wie mit handelsüblichen Plasmaanlagen eine gute Vorbehandlung erzielt werden kann. Gleichzeitig muß im Vergleich mit einem bekannten guten Vorbehandlungsverfahren die Leistungsfähigkeit der Plasmavorbehandlung bezüglich der Klebflächenvorbehandlung überprüft werden.

#### **7.2.4.1 Aufbau der Niederdruckanlage**

Bei der verwendeten handelsüblichen Niederdruckplasmaanlage handelt es sich um einen "PLASMA - PROCESSOR 200-E" der Firma Technics. Die Frequenz des HF-Generators beträgt 27,12 MHz, wobei eine Leistung von 0 - 250 W einstellbar ist. Die Plasmakammer besteht aus Quarz; ihre Abmessungen betragen: Innendurchmesser 220 mm, Höhe 225 mm. Die Elektroden für die Hochfrequenz sind als Halbschalen außen um die Kammer herum angebracht.

In Bild 7.25 ist der Aufbau der Niederdruckplasmaanlage schematisch dargestellt. Die Gase werden aus einer Flaschenbatterie über Druckminderer und Durchflußmesser der Prozeßkammer zugeführt. Durch Zusammenschalten zweier Volumenströme ist es möglich, Gasgemische in die Plasmakammer einzuleiten. Das Vakuum in der Kammer wird durch eine Drehschieberpumpe mit konstantem Fördervolumen von 10 m<sup>3</sup>/h erzeugt.

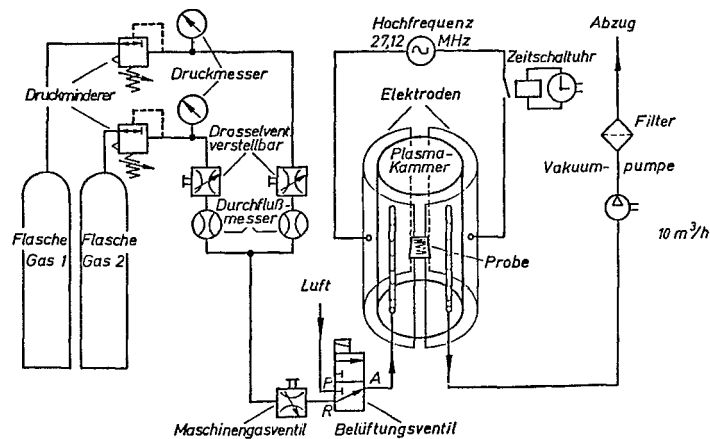
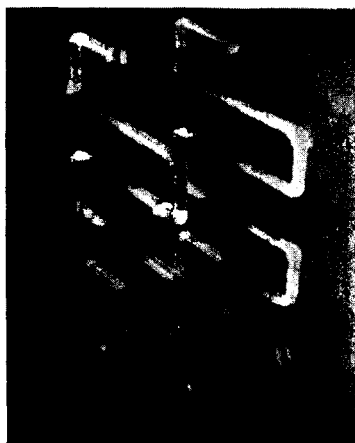


Bild 7.25 Aufbau einer Niederdruckplasmaanlage

#### 7.2.4.2 Ablauf der Niederdruckplasmabehandlung

Nach dem Einbringen der auf einer Halterung, Bild 7.26, liegenden Kunststoffproben in die Prozeßkammer wird sie verschlossen und evakuiert. Wenn der minimale Druck in der Kammer erreicht ist, erfolgt bei weiterhin laufender Vakuumpumpe die Einleitung des Prozeßgases in die Kammer. Während des gesamten Behandlungsvorganges wird ein Gasdurchsatz durch die Kammer aufrechterhalten. Damit wird gewährleistet, daß gegebenenfalls anfallende Zersetzungs- und Reaktionsprodukte abgeführt werden und frisches Prozeßgas zugeführt wird.

Es wurde immer soviel Gas in die Kammer eingelassen, daß sich der gewünschte Arbeitsdruck einstellt. Er betrug in der Regel unabhängig von der Gasart 100 Pa. Beim Einschalten des elektrischen Feldes entsteht das Plasma. Abhängig vom Kammerdruck und vom Prozeßgas ist ein in Farbe, Helligkeit und Verteilung unterschiedliches Plasmaeleuchten in der Prozeßkammer zu beobachten.



**Bild 7.26**  
 Probenhalterung  
 mit Kunststoff-  
 teilen

Durch eine Zeitschaltuhr wird die Hochfrequenz nach Ablauf der Behandlungszeit abgeschaltet, so daß das Plasma erlischt. Anschließend wird die Kammer belüftet und die Proben können zum Kleben entnommen werden.

#### **7.2.4.3 Wirkungsmechanismen**

Mit Plasma wird die "Gesamtheit der Teilchen eines Volumenelementes einer Gasentladung" bezeichnet /7.28/. Durch die Gasentladung werden Teile des Plasmagases in einen angeregten Zustand gebracht; so ist beispielsweise die Elektronentemperatur in einem Niederdruckplasma wesentlich höher als die Temperatur des neutralen Gases /7.28/. Die aktiven Teilchen des Plasmagases reagieren mit der Umgebung, z.B. mit den Kunststoffteilen, die im Plasma exponiert sind, und rufen Veränderungen an den Oberflächen hervor. Diese veränderten Oberflächen können eine bessere Klebeignung besitzen als die ursprünglichen.

Die Vorgänge im Plasma und die Reaktionen des Plasma mit der Oberfläche sind sehr vielfältig, was eine wissenschaftlich



exakte Erklärung erschwert. Bei Auswertung der Literatur stößt man auf unterschiedliche und sich teilweise widersprechende Aussagen /7.29, 7.30/.

An dieser Stelle sollen nur einige Mechanismen erwähnt werden. Die Plasmabehandlung führt zu:

- der Entfernung der für eine Klebverbindung ungeeigneten "weak-boundary-layer" von der Oberfläche /7.31/.
- einem höheren Vernetzungszustand in den äußeren Bereichen des Kunststoffteiles /7.31/.
- Bildung von Radikalen an der Oberfläche /7.32/.
- Oxidation der Oberfläche /7.33/.
- Degradation der Polymerketten /7.34/.
- zur Bildung von Elektreten /7.34/. Mit diesem Mechanismus muß analog zur Coronabehandlung gerechnet werden.

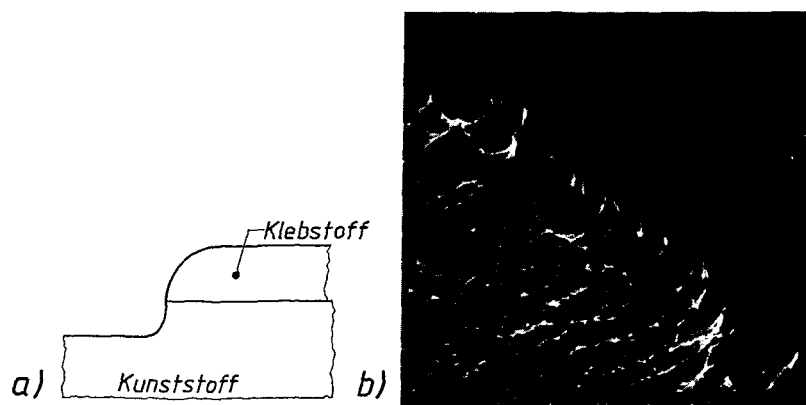
Da der Wirkungsmechanismus noch nicht exakt geklärt ist und dazu, abgesehen von den REM-Aufnahmen der Oberflächen, keine eigenen Untersuchungen durchgeführt wurden, wird zu den einzelnen Theorien keine Stellung bezogen. Das Vorbehandlungsverfahren soll vielmehr technologisch auf seine Eignung zur Klebflächenvorbehandlung von Kunststoffteilen an Kunststoff-Metall-Klebsverbindungen untersucht werden.

#### **7.2.4.4 Einfluß von Behandlungszeit und Gasart**

Die Wirkung der Plasmabehandlung auf die einzelnen Kunststoffe ist von der Art des Plasmagases und von der Dauer der Plasmabehandlung abhängig. Zum Einsatz kamen inertes Gas, Argon, und aktive Gase wie Sauerstoff, Stickstoff und Tetrafluormethan ( $\text{CF}_4$ ).  $\text{CF}_4$  wird als Atzgas eingesetzt, wenn bei der Herstellung von Leiterplatten Atzprozesse im Niederdruckplasma durchgeführt werden. Dieses Gas ist sehr teuer, so daß es bevorzugt als Gemisch mit Sauerstoff angewendet wird.

Um den Materialabtrag der Plasmabehandlung von der Probenoberfläche abschätzen zu können, wurde die Probe in einem Teilbe-

reich mit einem Tropfen Klebstoff abgedeckt, **Bild 7.27 a**, und dann einer Plasmabehandlung unterzogen. Der Tropfen ist anschließend entfernt worden. Damit trat die ursprüngliche Oberfläche des behandelten Teiles wieder hervor. Aus REM-Aufnahmen des Übergangsbereiches der unbehandelten zur behandelten Oberfläche, **Bild 7.27 b**, kann der Materialabtrag abgeschätzt werden.



**Bild 7.27** Materialabtrag durch eine Plasmavorbereitung  
 a) Probenvorbereitung  
 b) Materialabtrag bei PP durch 30 min Behandlung im Sauerstoffplasma

#### 7.2.4.4.1 Plasmabehandlung von Polyoximethylen (POM)

POM wurde mit Sauerstoff, Argon, Stickstoff,  $\text{CF}_4$  und Sauerstoff- $\text{CF}_4$ -Gemischen behandelt. Mit allen Gasarten sind in etwa die gleichen Klebfestigkeitssteigerungen erreicht worden. Auch war der Zusammenhang zwischen Klebfestigkeit und Behandlungszeit, bis auf die Behandlung mit  $\text{CF}_4$ , bei allen Gasen in etwa vergleichbar.

In **Bild 7.28** ist die Festigkeit von POM (C9021)-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 und die Struktur der sauerstoffplasmabehandelten Oberfläche des POM-Teiles in Abhängigkeit von der Behandlungsdauer des POM-Teiles im Sauerstoffplasma dargestellt. Es zeigt sich, daß die Festigkeit der Verbindungen mit der Behandlungszeit ansteigt. Die Oberfläche der POM-Teile wird durch die Plasmabehandlung strukturiert. Nach der Behandlungsdauer von 1 min sind in der Oberfläche viele kleine Krater entstanden. Die so veränderte Oberfläche weist jedoch nur eine geringfügig höhere Klebfestigkeit als eine unbehandelte Oberfläche auf. Mit steigender Behandlungszeit wird die Oberfläche stärker strukturiert und gleichzeitig abgetragen.

Nach 30 min Behandlungsdauer wird die höchste Klebfestigkeit erreicht. Bei derart vorbehandelten POM-Teilen traten bei der Zugscherprüfung Brüche in den POM-Teilen auf. Entweder brechen die Kunststoffteile am Beginn der Überlappung durch das Stahlteil ab oder der Bruch erfolgt, wie aus **Bild 7.29** zu entnehmen ist, in der Oberfläche des POM-Teiles. Bei kürzeren Behandlungszeiten versagten die Verbindungen adhäsiv am Kunststoff.

Das **Bild 7.29** zeigt die Bruchfläche des POM-Teiles einer POM-Stahl-Klebverbindung mit Araldit AW 106. Das POM-Teil ist 30 min im Sauerstoffplasma vorbehandelt worden. Am linken und am oberen Bildrand ist Klebstoff zu sehen. Auf dem Klebstoff zeichnen sich die Abdrücke der Schmirgelstruktur des Stahlteiles ab. Im Hauptteil des Bildes ist ein Bruch im POM-Teil zu sehen. Die drei Bruchgräben zeigen, daß hier die Tragfähigkeit des POM überschritten worden ist. In dem ebenen Bereich konnte mit stärkeren Vergrößerungen ebenfalls eine POM-Bruchstruktur festgestellt werden.

In **Bild 7.30** ist der Materialabtrag von der POM-Oberfläche durch die Behandlung gezeigt. Der Abtrag steigt linear mit der Behandlungszeit an. Nach 30 min Plasmabehandlung, der für eine maximale Klebfestigkeit notwendigen Behandlungsdauer, sind 7 µm

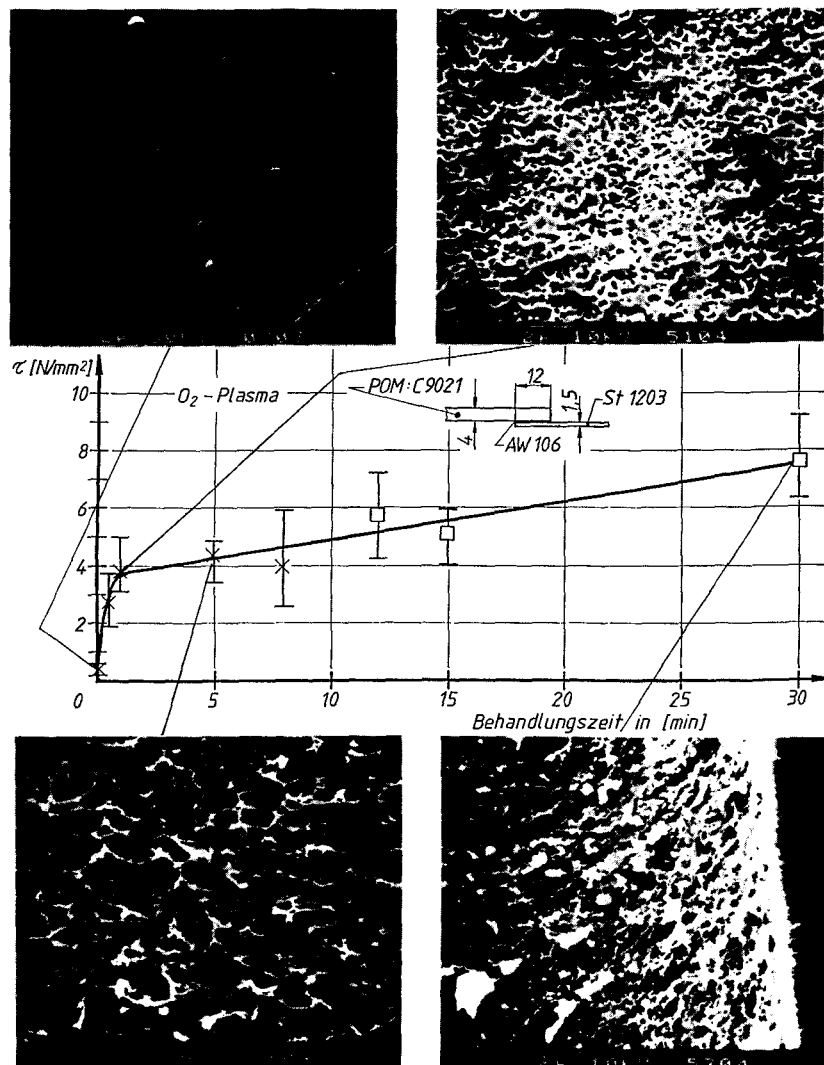


Bild 7.28 Klebfestigkeit vom POM (C9021)-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 und Oberflächenstrukturen des POM in Abhängigkeit von der Behandlungszeit im Sauerstoffplasma

abgetragen worden. Damit ist der Abtrag geringer als beim Beizen in Chromschwefelsäure und größer als beim Satinierverfahren.



Bild 7.29 Bruchfläche des POM-Teiles einer POM-Stahl-Kleverbinding mit Araldit AW 106, POM 30 min im Sauerstoffplasma behandelt

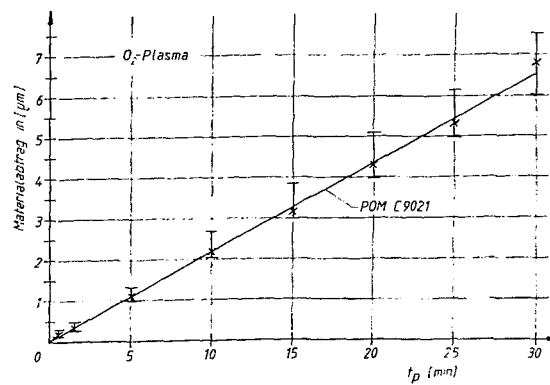
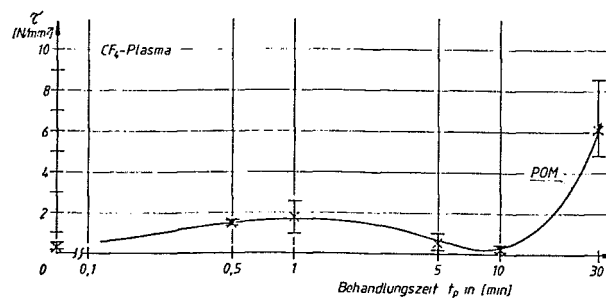


Bild 7.30 Mittlerer Materialabtrag von der Oberfläche eines POM-Teiles durch eine Sauerstoffplasmabehandlung

In **Bild 7.31** ist die Festigkeit von POM-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 nach einer Vorbehandlung mit Tetrafluormethan ( $\text{CF}_4$ ) gezeigt. Hier stellte sich ein anderer Zusammenhang zwischen Klebfestigkeit und Behandlungszeit ein. Nach einem anfänglich geringen Anstieg der Festigkeit fällt sie ab, um anschließend wieder anzusteigen. Bei den 5 und 10 min behandelten POM-Teilen zerbrachen jeweils 2 Proben während des Haltierens vor der Zugprüfung. Aufgrund des Kurvenverlaufs kann vermutet werden, daß mit  $\text{CF}_4$  auf dem POM-Teil bei bestimmten Behandlungsparametern antiadhäsive Schichten erzeugt werden können.

Als Plasmagas sind auch Mischungen aus Sauerstoff und  $\text{CF}_4$  eingesetzt worden. Die Mischungsverhältnisse waren 25:75, 50:50 und 75:25. Es konnte in der maximal möglichen Klebfestigkeit kein wesentlicher Unterschied zu reinem Sauerstoff festgestellt werden. Auch beim Anstieg der Klebfestigkeit in Abhängigkeit von der Behandlungszeit gab es nur geringe Abweichungen von dem in Bild 7.28 gezeigten Verlauf.



**Bild 7.31** Klebfestigkeit von POM-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 in Abhängigkeit von der Behandlungszeit des POM-Teiles im  $\text{CF}_4$ -Plasma

#### 7.2.4.4.2 Plasmabehandlung von Polypropylen (PP)

In **Bild 7.32** ist die Klebfestigkeit von PP-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 und die Oberflächenstruktur des PP nach einer Behandlung im Sauerstoffplasma dargestellt. Die Klebfestigkeit erreicht bereits nach 6 s Behandlungsdauer, der kürzesten am Plasmaprozessor einstellbaren Behandlungszeit, ihr Maximum. Durch eine längere Plasmabehandlung bis zu 30 min kann die Festigkeit nicht mehr gesteigert werden. Allerdings ist eine Änderung im Bruchverhalten festgestellt worden; während die kürzere Zeit behandelten PP-Teile adhäsiv oder in der Oberfläche des PP-Teiles versagen, kommt es bei längerer Behandlung zum Abbrechen der PP-Teile.

Die Oberfläche der PP-Teile wird bei kurzzeitigeren Plasmabehandlungen in ihrer Topographie nur wenig verändert. Nach 30 s Behandlungszeit kann noch keine Veränderung gegenüber einer nichtbehandelten Oberfläche festgestellt werden. Dementsprechend kann gesagt werden, daß nach 6 s noch keine nachweisbare Änderung in der Topographie der Oberfläche eingetreten ist. Hieraus folgt, daß bei PP zur Erzielung guter Klebfestigkeiten im Zugscherversuch keine Aufrauung der Oberfläche notwendig ist. An den glatten Oberflächen spritzgegossener Teile können nach einer Plasmabehandlung gute Klebfestigkeiten erzielt werden.

Bei längeren Behandlungen wird die Oberfläche stärker strukturiert. Gleichzeitig wird die Oberfläche abgetragen. Nach einer Behandlungsdauer von 30 min sind, wie aus REM-Aufnahmen zu entnehmen war, etwa 50 µm von der Oberfläche abgetragen, **Bild 7.26**.

In **Bild 7.33** ist der Bruch einer PP-Stahl-Klebverbindung mit Araldit AW 106 gezeigt. Das PP-Teil war 5 min im Sauerstoffplasma vorbehandelt. In **Bild 7.33 a** ist die Bruchfläche des PP-Teiles wiedergegeben. Es zeigte sich, daß die Oberfläche stark verformt ist. Die Bruchfläche des Stahlteiles ist in **Bild 7.33b** dargestellt. Auch hier sind stark verformte Bereiche zu erken-

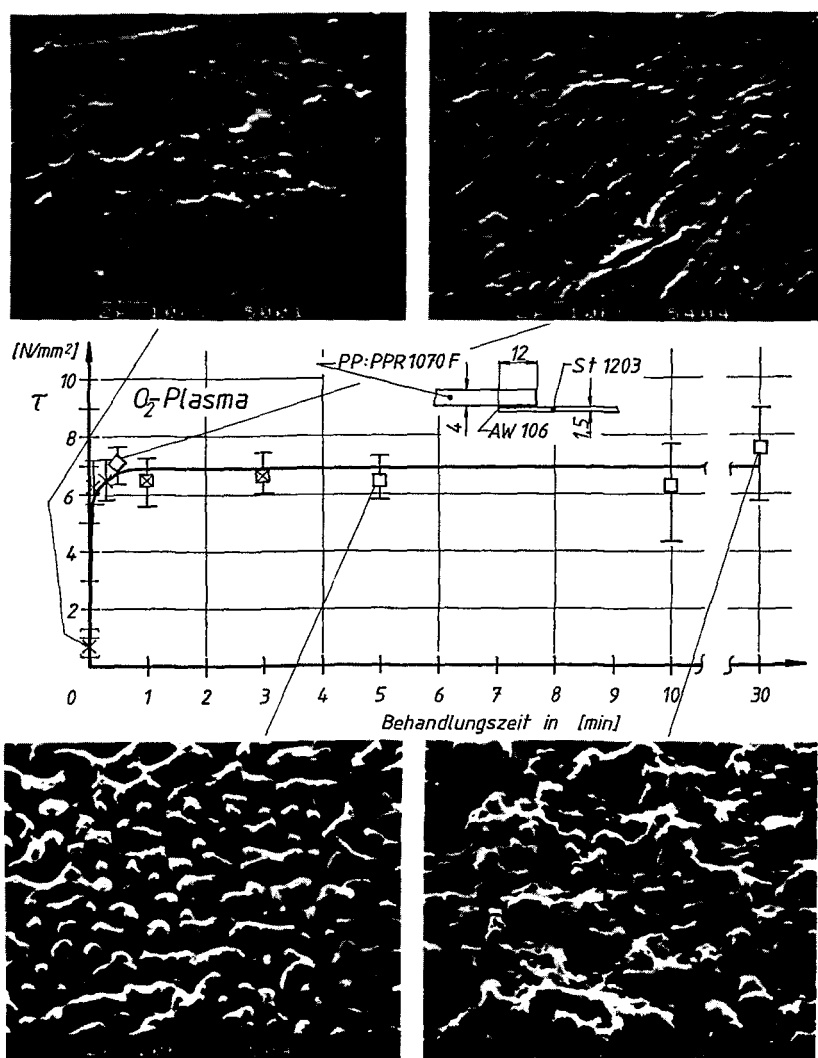


Bild 7.32 Klebfestigkeit von PP-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 und Oberflächenstruktur des PP in Abhängigkeit von der Behandlungsdauer des PP im Sauerstoffplasma



nen. Da der duomere Epoxidharzklebstoff nicht so stark verformt werden kann, folgt, daß es sich bei den verformten Bereichen nur um PP handelt. Somit ist der Bruch der Verbindung im PP erfolgt.



7.33 a



7.33 b

**Bild 7.33** Bruchstruktur einer PP-Stahl-Klebverbindung mit Araldit AW 106; PP 5 min im Sauerstoffplasma vorbehandelt  
a) Bruchfläche des PP-Teiles  
b) Bruchfläche des Stahlteiles

#### 7.2.4.4.3 Plasmabehandlung von Polyethylen (PE)

In **Bild 7.34** ist die Festigkeit von sauerstoffplasmabehandeltem PE (GR 7255) und die Oberflächenstruktur des PE in Abhängigkeit von der Behandlungszeit im Sauerstoffplasma dargestellt. Ähnlich wie bei PP verändert sich die Topographie der Oberfläche des PE bei der Plasmabehandlung nur wenig. Da die Oberfläche des unvorbehandelten PE, bedingt durch die Herstellung, sehr inhomogen ist, ist es schwer, repräsentative Bereiche der Oberfläche abzubilden. Auf Grund der REM-Aufnahmen kann jedoch

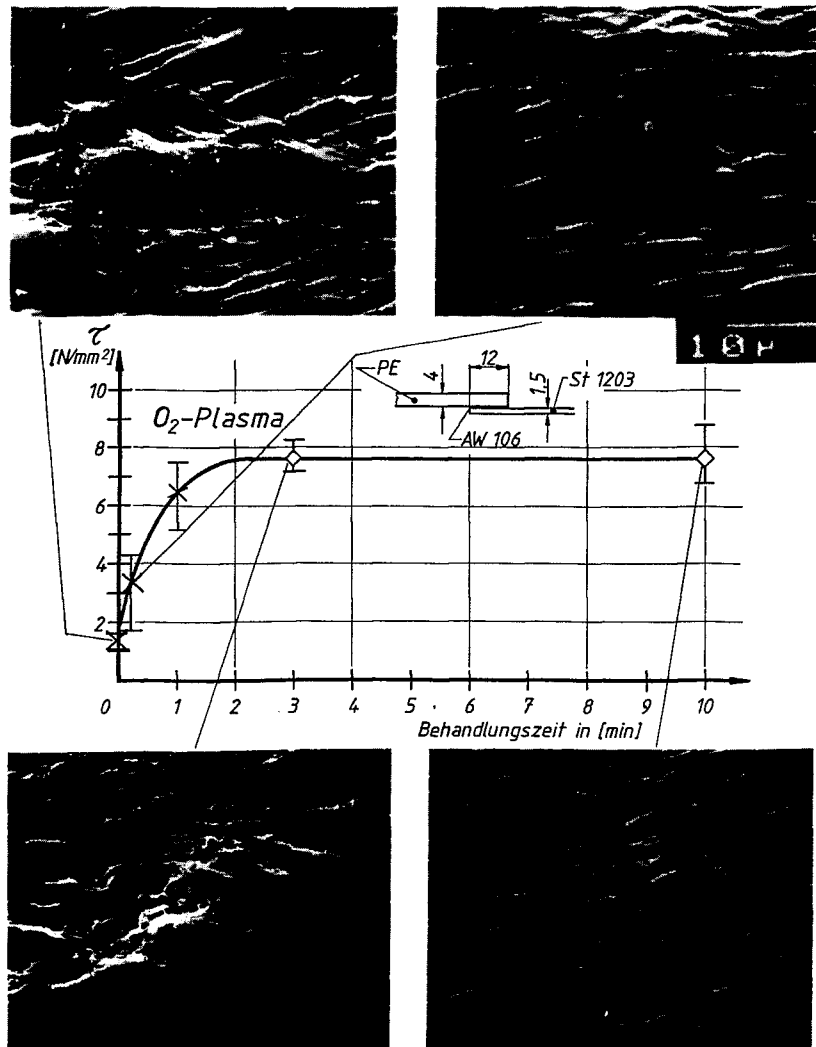
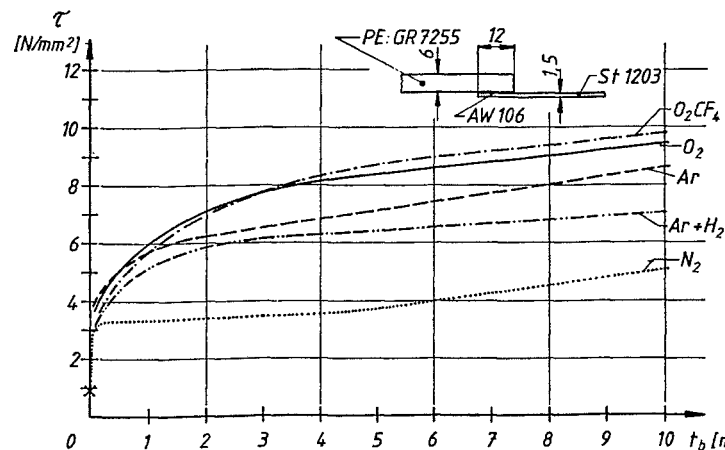


Bild 7.34 Klebfestigkeit von PE(Gr 7255)-Stahl-Kleilverbindungen mit Araldit AW 106 und Oberflächenstruktur des PE in Abhängigkeit von der Behandlungsdauer des PE im Sauerstoffplasma

gesagt werden, daß die PE-Oberfläche in Teilbereichen feiner strukturiert wird. Ein Materialabtrag von der Oberfläche konnte nicht festgestellt werden.

Brüche des PE(GR 7255)-Teiles in PE-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 zeigen die **Bilder 5.11 und 5.14 - 5.16**. Das PE-Teil in **Bild 5.11** war 10 min im Sauerstoffplasma vorbehandelt, das Teil in **Bild 5.14 - 5.16** 3 min. Auf allen Bildern ist zu erkennen, daß der Bruch im PE verläuft.

**Bild 7.35** zeigt die Klebfestigkeit von PE-Stahl-Klebverbindungen in Abhängigkeit von der Behandlungszeit des PE in verschiedenen Plasmagasen. Bei einer Behandlungszeit von 6 s ist der Festigkeitsanstieg bei allen Gasen in etwa gleich. Längere Behandlungszeiten führen zu unterschiedlichen Ergebnissen: während bei der Verwendung von Stickstoffplasma die Festigkeit nur noch wenig gesteigert werden kann, nimmt bei allen anderen Gasen die Klebfestigkeit stärker zu. Die besten Ergebnisse werden mit Sauerstoff bzw. mit dem Sauerstoff-CF<sub>4</sub>-Gemisch (50:50) erzielt. Der dargestellte Zusammenhang zwischen der Behandlungszeit und



**Bild 7.35** Klebfestigkeit von PE-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 in Abhängigkeit von der Behandlungsdauer des PE mit unterschiedlichen Plasmagasen

der Klebfestigkeit läßt den Schluß zu, daß bei der Plasmabehandlung unterschiedliche Mechanismen wirksam werden.

Die Festigkeitssteigerung, die bei kurzen Behandlungszeiten bei allen Gasen gleich ist, könnte auf der Wirkung des elektrischen Feldes oder auf Stoßvorgängen zwischen den Plasmateilchen und der Kunststoffoberfläche beruhen. Erst bei längeren Behandlungszeiten wird die Behandlung auch durch die unterschiedlichen chemischen Eigenschaften der Plasmagase beeinflusst.

Bei 10 min im Argonplasma vorbehandelten PE-Proben konnten nach der Prüfung ebenfalls Brüche in der Oberfläche des PE-Teiles festgestellt werden. Allerdings war der Oberflächenbruch nicht so ausgeprägt wie bei den mit Sauerstoff vorbehandelten Teilen, sondern von der Oberfläche wurde nur in Teilbereichen eine dünne Oberflächenschicht abgelöst, Bild 7.36. Bild 7.36 a zeigt im linken oberen Bereich einen Adhäsionsbruch am Stahlteil, kenntlich an den abgeformten Schmirgelriefen. Im Bildbereich



7.36 a



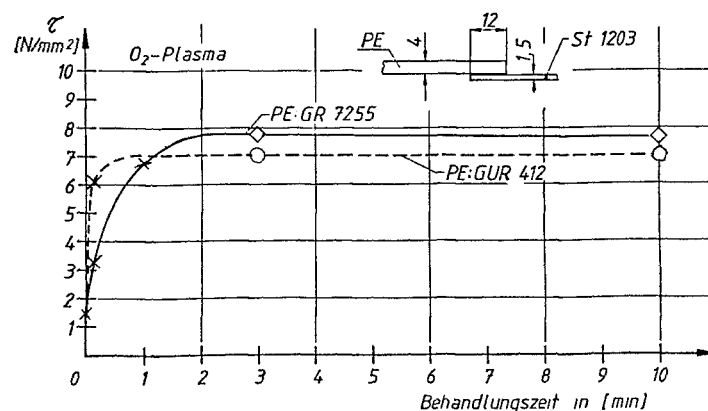
7.36 b

**Bild 7.36** Bruchfläche des PE-Teiles einer PE-Stahl-Klebverbindung mit Araldit AW 106, PE (GR7255) 10 min im Argonplasma vorbehandelt

rechts unten ist ein Bruch an bzw. in der Oberfläche des Kunststoffteiles zu sehen. **Bild 7.36 b** gibt diesen Bereich in einer stärkeren Vergrößerung wieder. Das Bruchverhalten erklärt die Unterschiede in der Klebfestigkeit.

In **Bild 7.37** ist die Abhängigkeit der Klebfestigkeit von PE-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 von der Behandlungszeit im Sauerstoffplasma für die PE-Typen GR 7255 und GUR 412 dargestellt. Es zeigt sich, daß bei GUR 412 schon nach 6 s Plasmabehandlung die maximale Klebfestigkeit erreicht wird, während bei GR 7255 länger behandelt werden muß. Der Unterschied zwischen den beiden PE-Typen liegt vor allem in der mittleren Molemasse, die bei GUR 412 um den Faktor 10 höher als bei GR 7255 ist. Hieraus folgt, daß der molekulare Aufbau des PE Einfluß auf die Wirksamkeit der Plasmabehandlung hat.

Bei PE(GUR 412) trat bei Behandlungszeiten von 3 min. und länger kein Bruch mehr im Kunststoffteil ein. In diesem Fall wird



**Bild 7.37** Klebfestigkeit von 2 PE-Typen in PE-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 in Abhängigkeit von der Behandlungszeit im Sauerstoffplasma

die Tragfähigkeit des Kunststoffes voll ausgenutzt (Materialausnutzungsfaktor  $M_A = 1$ ).

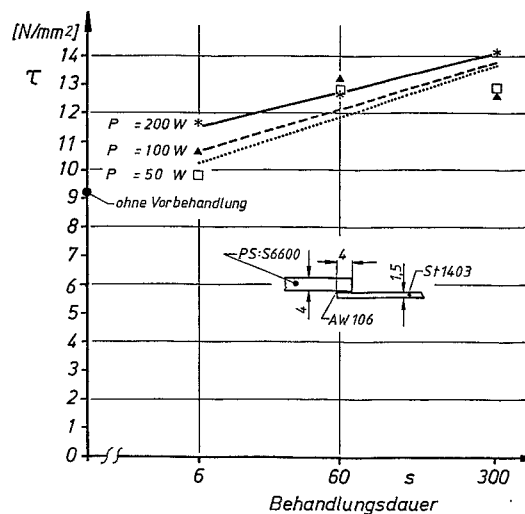
Für eine Behandlung von 3 min im Sauerstoffplasma ist geprüft worden, ob die vorbehandelte Oberfläche auch mit dem Polyurethanklebstoff Ibola R 101 gut geklebt werden kann. Es zeigte sich, daß die Festigkeit der Polyurethanklebsverbindungen etwas geringer als die der Epoxidharzklebsverbindungen war. Im Gegensatz zu den Klebsverbindungen mit Epoxidharz versagten die PUR-Klebsverbindungen jedoch kohäsiv, d.h. die Adhäsion des Klebstoffes an den plasmabehandelten PE-Oberflächen war ebenfalls gut.

#### 7.2.4.4.4 Plasmabehandlung von Polystyrol (PS)

Bei einer Plasmabehandlung von PS trat ein ähnlicher Effekt wie beim Beizen in Chromschwefelsäure auf. Bereits nach einer Behandlung von 3 s im Sauerstoffplasma brachen die 12 mm überlappten PS-Teile am Überlappungsende des Stahlteiles ab, ohne daß die Klebfestigkeit gegenüber einem nicht vorbehandelten Teil verändert war. Die Überlappungslänge wurde aus diesem Grund von  $l_{\text{Ü}} = 12 \text{ mm}$  auf  $l_{\text{Ü}} = 4 \text{ mm}$  reduziert, um die Mittelspannung im Kunststoffteil zu verkleinern. Bei dieser verkürzten Überlappungslänge konnte dann eine Änderung der Klebfestigkeit durch eine Vorbehandlung des PS festgestellt werden.

In **Bild 7.38** ist für drei unterschiedliche Plasmaleistungen die Klebfestigkeit in Abhängigkeit von der Behandlungsdauer im Sauerstoffplasma dargestellt. Es zeigt sich, daß die Klebfestigkeit mit verlängerter Behandlungsdauer ansteigt. Bei einer Leistung von 200 W und einer Behandlungsdauer von 5 min versagen die Verbindungen wiederum durch einen Bruch des PS-Teiles am Ende der Überlappung des Stahlteiles.

Bei den vor dem Kleben mit einer Plasmaleistung von 100 W oder 200 W 60 s lang behandelten PS-Teilen wurden nach dem Zug-



**Bild 7.38** Klebfestigkeit von PS-Stahl-Kleverbindingen mit Araldit AW 106 in Abhängigkeit von der Plasmaleistung und der Behandlungsdauer des PS im Sauerstoffplasma

scherversuch Brüche in der Oberfläche des PS-Teiles festgestellt; bei 6 s behandelten Teilen ergaben sich Adhäsionsbrüche.

Eine erhöhte Plasmaleistung führt zu einem Anstieg der Klebfestigkeit. Der Anstieg ist jedoch nur gering, **Bild 7.38**. Der dominierende Einfluß geht von der Behandlungszeit aus.

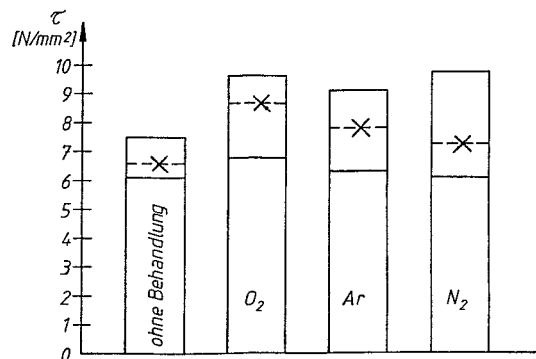
Durch die Plasmabehandlung wird die Oberfläche der PS-Teile nur dann in Teilbereichen in geringem Maße verändert, wenn bei 200 W Leistung lange behandelt (5 min) wird.

#### 7.2.4.4.5 Plasmabehandlung von Polycarbonat (PC)

Polycarbonat gehört zu den Kunststoffen, die auch ohne Vorbehandlung gut klebfähig sind, siehe Tabelle 3.1. Da die Polycar-

bonat-Teile in PC-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106, wenn auch auf relativ hohem Festigkeitsniveau, überwiegend adhäsiv am PC versagten, wurde versucht, durch eine Plasma-behandlung des PC die Klebfestigkeit zu steigern.

Durch die drei verwendeten Plasmagase Sauerstoff, Argon und Stickstoff konnte, wie Bild 7.39 zeigt, die Klebfestigkeit nur wenig gesteigert werden. Selbst Behandlungszeiten von einer Stunde führten zu keiner wesentlichen Veränderung. Auch konnte kein eindeutiger Zusammenhang zwischen Klebfestigkeit und Be-handlungszeit festgestellt werden.



**Bild 7.39** Maximale Steigerung der Klebfestigkeit von PC-Stahl-Klebverbindungen durch eine Plasmavorbehandlung des Polycarbonats

Nach einer längeren Behandlung (30 min) im Sauerstoff- und Stickstoffplasma trat eine Trübung des PC auf. Bei REM-Untersuchungen konnten für die Sauerstoffplasmabehandlung kleine Krater auf der Oberfläche festgestellt werden. Doch auch diese Möglichkeit der mechanischen Verklammerung führte zu keiner wesentlich verbesserten Klebfestigkeit.



#### 7.2.4.5. Einfluß der Plasmaleistung

Eine Veränderung der Hochfrequenzleistung des Plasmaprozessors zwischen 50 und 200 W führt bei PS nur zu einer geringen Erhöhung der Klebfestigkeit, **Bild 7.38**. Auch bei PE (GR 7255) konnte nur ein geringer Anstieg der Klebfestigkeit festgestellt werden.

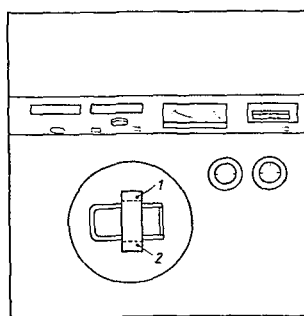
Durch die Plasmabehandlung kommt es zu einer Erwärmung der behandelten Teile, deren Höhe von der HF-Leistung des Plasmaprozessors und von der Behandlungsdauer abhängig ist. Bei Kunststoffen ist daher zu beachten, daß die Leistung und die dazugehörige Behandlungsdauer nicht so hoch gewählt werden, daß es zum Anschmelzen der Kunststoffteile kommt. Dies tritt jedoch erst bei längeren Behandlungszeiten auf, z.B. bei PP erst nach 30 min.

#### 7.2.4.6. Einfluß von Kammerdruck und Gasdurchsatz

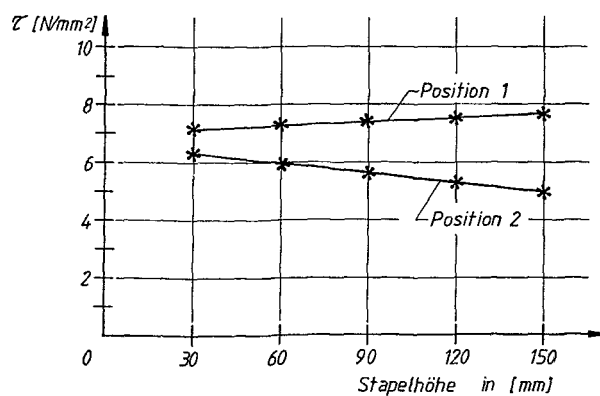
Die Auswirkung von Kammerdruck und Gasdurchsatz auf die Klebfestigkeit wurde für PE ermittelt. Da die verwendete Vakuumpumpe mit konstantem Fördervolumen arbeitet, konnte der Kammerdruck und der Gasdurchsatz nicht unabhängig voneinander eingestellt werden. Eine Änderung des Gasdurchsatzes im Bereich zwischen 12 l/h und 24 l/h führte zu keiner Veränderung der Klebfestigkeit oder des Bruchverhaltens. Der gleichzeitig zwischen 30 Pa und 300 Pa geänderte Kammerdruck hat die Klebfestigkeit folglich auch nicht beeinflußt. Kleinere Schwankungen beim Druck und beim Gasdurchsatz, die ungewollt auftreten können, beeinträchtigen die Vorbehandlung also nicht merklich. Da in der Regel Plasmaanlagen mit Konstantpumpen betrieben werden, ist diese Erkenntnis für die Verfahrenssicherheit von Bedeutung.

#### 7.2.4.7. Einfluß der Position in der Plasmakammer

Bei der verwendeten Plasmaanlage wurde eine örtlich ungleichmäßige Plasmawirkung festgestellt. **Bild 7.26** zeigt die Halterung, auf der die Kunststoffteile in der Plasmakammer gestapelt wurden. Je nach Stapelhöhe und Lage der Klebfläche in der Plasmakammer, **Bild 7.40**, ergab sich für POM-Stahl-Verbindungen mit AW 106 die im **Bild 7.41** gezeigten Klebfestigkeiten.



**Bild 7.40** Position der Kunststoffteile in der Plasmakammer  
(Draufsicht auf den Plasmaprozessor)



**Bild 7.41** Einfluß der Position in der Plasmakammer auf die  
Klebfestigkeit

Um die Ungleichmäßigkeit der Plasmawirkung zu verringern, werden Geräte angeboten, in denen die Werkstücke im Trommelverfahren behandelt werden. Hierbei nehmen die Teile während der Behandlung unterschiedliche Positionen ein. Dieses Verfahren wird bereits mit Erfolg zur Vorbehandlung von im Bauteil liegenden Flächen (wie Bohrungen) eingesetzt, die während der Behandlung weder mit der Trommel noch mit den anderen Teilen in Berührung kommen können /7.35/. Adhäsionsvermindernde Abstreifeffekte, wie sie bei der Coronabehandlung von Folien bekannt sind, können hier nicht auftreten. Ob mit diesem Verfahren auch außenliegende Flächen behandelt werden können, wurde nicht untersucht.

#### 7.2.4.8 Weitere Einflußfaktoren

Einige Ergebnisse deuten darauf hin, daß auch die Art der **Beladung der Kammer**, d.h. die Anzahl der behandelten Proben in der Kammer, die Wirkung des Plasmas auf die Oberfläche beeinflußt.

Auch die **Dicke der Fügeteile** scheint die Klebfestigkeit nach einer Plasmabehandlung zu beeinflussen. So mußten dickere Fügeteile aus PE länger als dünnere im Plasma behandelt werden, um die maximale Klebfestigkeit zu erreichen, **Bild 7.42**. Die maximale Festigkeit war bei den dickeren Teilen allerdings höher als bei dünnen Teilen. Die Ursache für dieses Verhalten konnte bisher noch nicht geklärt werden.

Es ist zu vermuten, daß der bei unterschiedlichen Fügeteildicken veränderte Spannungszustand in Verbindung mit der, durch die Plasmabehandlung veränderten Oberfläche, für das Verhalten verantwortlich ist. Eine längere Plasmabehandlung kann zu einem höheren Vernetzungszustand in der Fügeteiloberfläche führen und damit eine höhere Belastung der Randschichten ermöglichen.

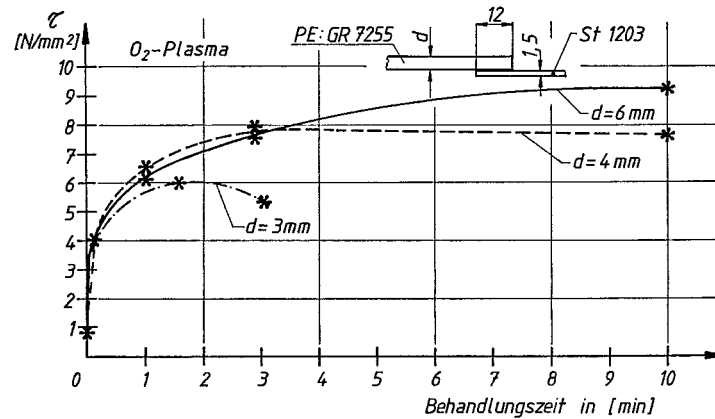


Bild 7.42 Zusammenhang zwischen Klebfestigkeit und Behandlungszeit bei unterschiedlicher Probendicke

### 7.2.5 Liegezeiteinfluß

Als Liegezeit wird die Zeit zwischen dem Ende einer Oberflächenvorbehandlung und dem Klebstoff- bzw. Primerauftrag auf diese Fläche definiert.

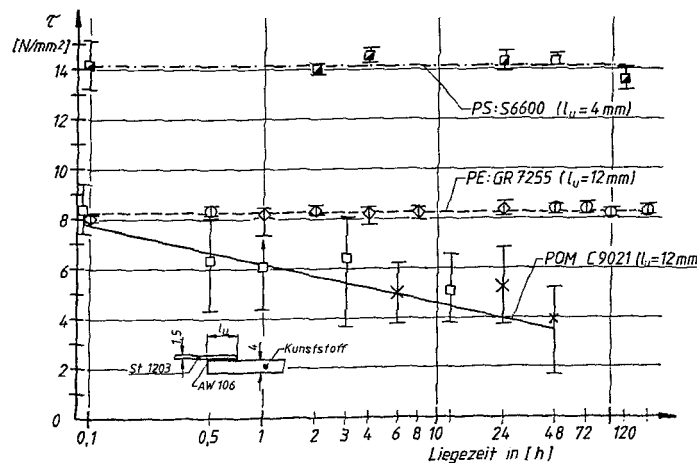
Während der Liegezeit kann sich eine vorbehandelte Oberfläche verändern, was gegebenenfalls die Klebfestigkeit beeinflusst. Der Liegezeit kann folglich ein Einfluß auf die Klebfestigkeit zugeordnet werden. Er ist für die Praktikabilität eines Vorbehandlungsverfahrens von großer Bedeutung, da bei einem stark festigkeitsverminderndem Liegezeiteinfluß unmittelbar nach einer Vorbehandlung geklebt oder ein Primerauftrag durchgeführt werden muß.

Der Einfluß der Liegezeit auf die Klebfestigkeit ist vom vorbehandelten Werkstoff und der Art der Vorbehandlung abhängig. Systematische Untersuchungen liegen bisher nicht vor. Das Problem des Liegezeiteinflusses soll an einigen Beispielen darge-

stellt werden: **Bild 7.43** zeigt, wie die Klebfestigkeit durch die Liegezeit nach einer Behandlung im Sauerstoffplasma beeinflusst wird. Die Vorbehandlungsdauer der Kunststoffteile betrug bei POM:  $t_b = 30$  min, bei PS:  $t_b = 5$  min und bei PE(GR7255):  $t_b = 3$  min.

Bei POM war der Vorbehandlungseffekt nach 48 Stunden Liegezeit etwa zur Hälfte wieder abgeklungen. Nach einer Plasmabehandlung von PE (GR 7255) und PS tritt hingegen bei Liegezeiten bis zu 200 h bzw. 120 h keine Veränderung der Klebfestigkeit ein.

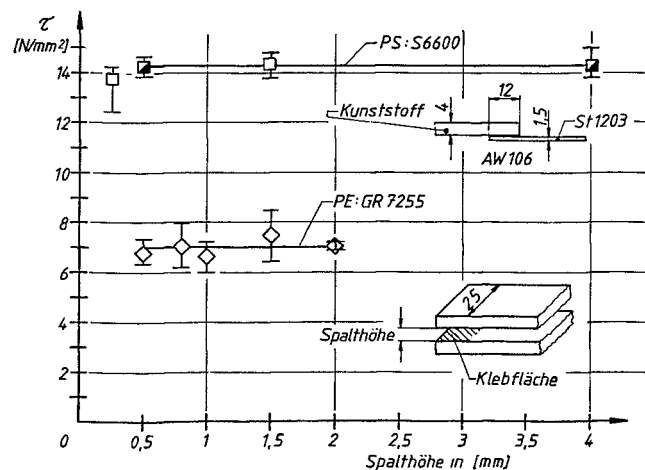
Beim Beizen von POM und PE konnten ebenfalls Einflüsse der Liegezeit auf die Klebfestigkeit festgestellt werden. Auch hier wurden nach gewissen Liegezeiten Verluste des Vorbehandlungseffektes beobachtet. Allerdings ließen diese Versuche keine derart deutliche Tendenz wie bei dem in **Bild 7.43** dargestellten Liegezeiteinfluß bei POM nach einer Plasmabehandlung erkennen.



**Bild 7.43** Einfluß der Liegezeit auf die Klebfestigkeit

### 7.2.6 Einfluß der Spaltgängigkeit einer Vorbehandlung

Unter der **Spaltgängigkeit** eines Klebflächenvorbehandlungsverfahrens wird die Wirksamkeit einer Vorbehandlung in engen Spalten verstanden. Die Notwendigkeit einer Behandlung von Oberflächen in Spalten und an Hinterschneidungen grenzt die Einsatzmöglichkeit vieler Vorbehandlungsverfahren ein. So kann an diesen Stellen eine Coronavorbehandlung nur schwer durchgeführt werden, weil eine Elektrode in den Spalt bzw. an die Hinterschneidung herangeführt werden muß. Während es beim Beizen in flüssigen Beizmedien an Hinterschneidungen weniger Probleme geben dürfte, muß beim Beizen enger Spalten, wegen des behinderten Austausches des Beizmittels, mit inhomogenen Beizergebnissen gerechnet werden. Auch bei einer Flammvorbehandlung dürfte in engen Spalten keine gleichmäßige Vorbehandlung zu erwarten sein, da die Flamme in Spalten nur schlecht hineinkommt.



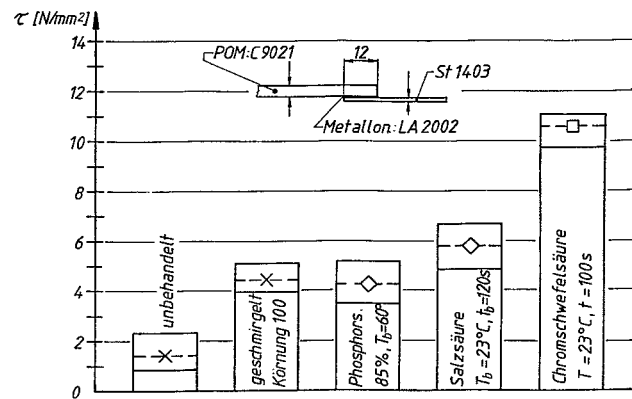
**Bild 7.44** Einfluß der Spalthöhe bei einer Plasmavorbehandlung auf die Klebfestigkeit

In **Bild 7.44** ist der Einfluß der Spalthöhe zwischen zwei PE (GR 7255)- bzw. PS-Teilen bei der Plasma-Behandlung mit Sauerstoff auf die Klebfestigkeit dargestellt. Die im Spalt einander zugekehrten Flächen sind nach der Behandlung im Sauerstoffplasma mit Araldit AW 106 auf geschmirligten Stahl geklebt worden. Es zeigt sich, daß die Klebfestigkeit durch den Spalt nicht verändert wird. Die Wirkung der Plasmabehandlung ist in Spalten genauso gut wie an einer frei zugänglichen Fläche. Damit ist die Plasmabehandlung in dieser Hinsicht den anderen Vorbehandlungsverfahren überlegen.

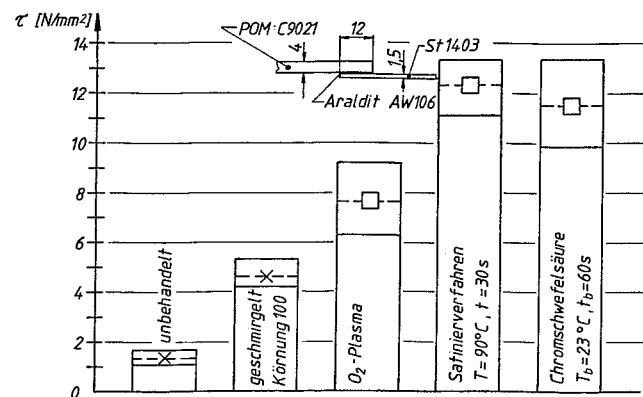
#### 7.2.7 Diskussion der Vorbehandlungsverfahren

Die mit den unterschiedlichen Vorbehandlungsverfahren maximal erreichbaren Klebfestigkeiten von POM(C 9021) in Kunststoff-Metall-Klebverbindungen bei Verwendung von Metallon LA2002 zeigt **Bild 7.45**; beim Kleben mit Araldit AW 106 ergeben sich die in **Bild 7.46** dargestellten Festigkeiten. Die höchsten Festigkeiten werden mit dem Satiniervorgang, dem Beizen in Chromschwefelsäure und nach einer Vorbehandlung im Sauerstoffplasma erreicht. Die nach diesen Vorbehandlungen geklebten POM-Teile versagen bei der Prüfung der Verbindungen im Kunststoffteil. Die Unterschiede in der Klebfestigkeit nach dem Satiniervorgang, dem Beizen in Chromschwefelsäure und der Sauerstoffplasmabehandlung in **Bild 7.46** beruhen nicht auf der Qualität der Vorbehandlung. Da immer Brüche im POM aufgetreten sind, sind ihre Ursachen die unterschiedlichen Materialabträge von der Oberfläche, **Bild 7.47**, und die unterschiedlichen Randbedingungen der Proben: Während die in Chromschwefelsäure gebeizten Proben einen kleinen Klebwulst und die nach dem Satiniervorgang vorbehandelten Proben einen großen Klebwulst hatten, ist der Wulst bei den plasmabehandelten Proben abgearbeitet worden.

Die Änderung der Oberflächentopographie hängt bei POM vom Vorbehandlungsverfahren ab. Wie die **Bilder 7.19** und **7.21** zeigen,



**Bild 7.45** Maximale Klebfestigkeiten bei unterschiedlicher Vorbehandlung des POM (C9021); Klebstoff Metallon LA 2002



**Bild 7.46** Maximale Klebfestigkeiten bei unterschiedlicher Vorbehandlung des POM; Klebstoff Araldit AW 106

sind die gebeizten Oberflächen beim Beizen mit Salzsäure und Phosphorsäure ähnlich. Beide Beizverfahren weisen auch ähnliche Festigkeiten auf. Mit dem weiterhin untersuchten Satiniervor-



fahren und mit dem Beizen in Chromschwefelsäure werden andere Oberflächenstrukturen erzeugt, wie die **Bilder 7.10** und **7.14** zeigen; gleiches gilt auch für die Vorbehandlung im Sauerstoffplasma, **Bild 7.27**.

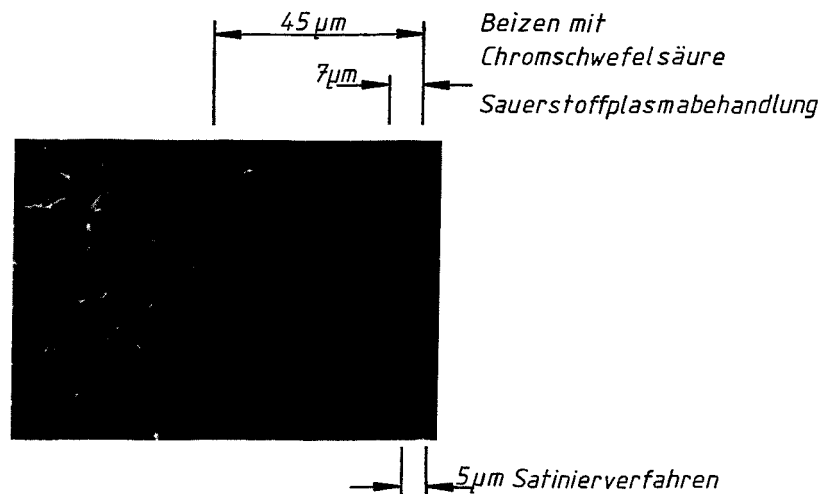
Die Ausbildung der verschiedenen Strukturen beim Beizen in Säuren kann auf die unterschiedliche oxidative Wirkung der Beizen zurückgeführt werden. Chromschwefelsäure ist beispielsweise als stark oxidierende Säure bekannt [7.12]. Der Abbau des POM im Sauerstoffplasma beruht auf anderen Vorgängen als beim Beizen; diese sind die Ursache für die anders ausgebildete Oberflächenstruktur.

Beim Vergleich der Oberflächentopographien fällt auf, daß beim Beizen nach dem Satinierverfahren die Lamellenstruktur an der Oberfläche lange erhalten bleibt. Beim Beizen mit Chromschwefelsäure ist diese Struktur nur bis zu einer Beizzeit von 6 s deutlich vorhanden. Eine längere Beizdauer führt dazu, daß diese Oberflächenschicht abgebaut wird. Hieraus folgt, daß Vorbehandlungsverfahren, die wenig von der Oberfläche des Kunststoffteiles abtragen, wie das "Satinierverfahren", in ihrer Wirkung stark von der vorliegenden Oberfläche abhängig sind. Andere Vorbehandlungsverfahren, wie das Beizen in Chromschwefelsäure, tragen mehr von der Oberfläche ab und werden damit nicht so sehr von den äußersten Bereichen des Kunststoffteiles beeinflusst.

In **Bild 7.47** ist ein Schnitt durch den Randbereich einer POM (C9021)-Probe gezeigt. Die Schnittfläche wurde in Chromschwefelsäure gebeizt (22°C, 100 s). - Nähere Erläuterung zu dieser Probe sind bereits in Kapitel 6.1.1 gegeben worden. - Die unterschiedlichen Beizstrukturen in Richtung der Proben Dicke zeigen den inhomogenen Aufbau des Kunststoffteiles an. Im **Bild 7.47** ist der auf Grund der Gewichtsverlustmessungen errechnete mittlere Materialabtrag für das Satinierverfahren, für das Beizen in Chromschwefelsäure und für die Sauerstoffplasma-vorbehandlung eingezeichnet. Es zeigt sich, daß die Klebver-

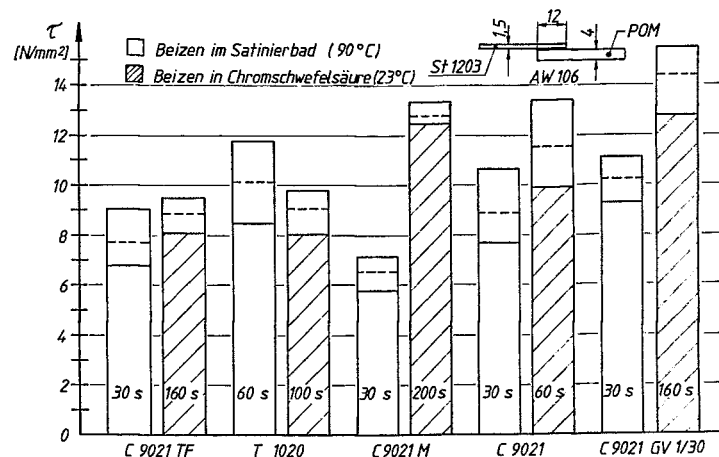
bindung in unterschiedlich ausgebildeten Bereichen des POM-Teiles zustande kommt. Die bei der Prüfung in das Kunststoffteil eingeleitete Prüfkraft wird jeweils von anders ausgebildeten Bereichen des Teiles aufgenommen. Diese Bereiche haben unterschiedliche Festigkeiten. Da der Bruch je nach Vorbehandlung in Bereichen unterschiedlicher Festigkeiten beginnt, kann so erklärt werden, daß es zu unterschiedlichen Klebfestigkeiten kommt, obwohl immer ein Fügeteilbruch im Kunststoffteil auftritt.

Nachdem am POM-Grundtyp Hostaform C 9021 festgestellt wurde, daß mit dem Beizen nach dem Satinierverfahren oder in Chromschwefelsäure so gute Klebfestigkeiten möglich waren, daß die Klebverbindungen im Kunststoffteil versagten, ist für vier weitere POM-Typen die Wirksamkeit dieser Beizverfahren überprüft worden. In Bild 7.48 ist die maximal mögliche Klebfestigkeit nach einer Vorbehandlung mit Chromschwefelsäure



**Bild 7.47** Materialabtrag von der Oberfläche eines POM-Teiles durch unterschiedliche Vorbehandlungsverfahren

bzw. nach dem Satinierverfahren gezeit. Bei den dargestellten Klebfestigkeiten traten immer Brüche in den Kunststoffteilen auf. Damit ergibt sich, daß die geprüften Vorbehandlungsverfahren auch bei den anderen POM-Typen zu maximalen Klebfestigkeiten führen. Allerdings wurden voneinander abweichende Beizparameter und Klebfestigkeiten ermittelt, deren Ursache die unterschiedliche Zusammensetzung und Festigkeit der POM-Typen ist. Es zeigt sich weiterhin, daß, abgesehen von Terpolymerisat T 1020, bei allen untersuchten Kunststoffen mit dem Beizen in Chromschwefelsäure die besten Festigkeiten erzielt werden. Außerdem muß beim Beizen mit Chromschwefelsäure bei allen POM-Typen länger gezeit werden als beim Satinierverfahren. Es kann also gesagt werden, daß im Hinblick auf die Klebflächenvorbehandlung bei den geprüften POM-Typen die gleiche Tendenz vorhanden ist.



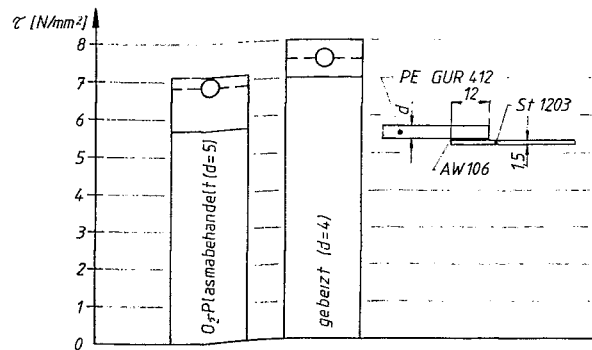
**Bild 7.48** Vergleich der maximal möglichen Klebfestigkeiten von POM-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106 bei unterschiedlicher Beizbehandlung des POM

Abschließend muß noch darauf hingewiesen werden, daß die gezeigten Oberflächenstrukturen nur dann entstehen, wenn die Oberfläche der Spritzgußteile vorbehandelt wird. Wird bei einem

POM-Teil vor dem Beizen die Oberfläche mechanisch abgearbeitet, so bildet sich bei gleicher Vorbehandlung eine andere Oberflächenstruktur, die dann auch eine andere Klebfestigkeit aufweisen dürfte.

In **Bild 7.49** sind die maximalen Klebfestigkeiten von in Chromschwefelsäure gebeizten und plasmabehandelten PE dargestellt. Es zeigt sich, daß nach beiden Vorbehandlungen die Klebverbindung bei der Prüfung nicht versagt, sondern das PE-Teil wurde bleibend verformt. Der Prüfungsvorgang wurde nach dem Überschreiten der Streckgrenze der PE-Teile beendet. Der Bruchvorgang dürfte bei Fortsetzung des Versuches, wie in **Bild 5.13** gezeigt, aufgrund von hohen Dehnungen des PE-Teiles erfolgen. Die unterschiedlichen Klebfestigkeiten dürften auf den unterschiedlichen (4 und 5 mm dicken) PE-Materialien beruhen.

Während die Vorbehandlungen bei POM immer zu starken Veränderungen der Topographie der Oberfläche führten, konnte dies bei den anderen untersuchten Kunststoffen nicht festgestellt werden. Bei PP tritt zwar auch eine Oberflächenstrukturierung ein, wenn die Teile sehr lange im Sauerstoffplasma behandelt werden,



**Bild 7.49** Maximale Klebfestigkeit von vorbehandeltem PE in PE-Stahl-Klebverbindungen mit Araldit AW 106

doch ist dies zur Erreichung guter Klebfestigkeiten nicht notwendig. Bei PE wurde sowohl beim Beizen als auch bei der Plasmavorbehandlung nur eine geringe Veränderung der Feinstruktur der Oberfläche ermittelt, und bei PS konnte nur in Teilbereichen der Oberfläche eine geringe Strukturierung festgestellt werden. Die durch kleine Krater veränderte Oberfläche der PC-Teile führt nur zu wenig höheren Klebfestigkeiten.

Damit kann festgestellt werden, daß bei Kunststoffen eine Aufrauhung der Oberfläche zur Klebfestigkeitssteigerung nicht unbedingt notwendig ist.

Die Vorbehandlung im Niederdruckplasma ist dem Beizen in Chromschwefelsäure ebenbürtig. Dies ergibt sich aus dem gleichartigen Bruchverhalten. Die unterschiedlichen Festigkeiten beruhen auf verschiedenen Randbedingungen wie z.B. dem Klebwulst.

Die Plasmabehandlung führte sowohl bei dem amorphen PS als auch bei den teilkristallinen Kunststoffen POM, PP und PE zu einer Klebfestigkeitssteigerung und dürfte somit in ihrer Einsatzmöglichkeit an keine spezielle Kunststoffart gebunden sein.

Einige Vorbehandlungsbedingungen, die bei Verwendung von Epoxidharzklebstoffen zu guten Klebfestigkeiten führten, sind auf ihre Eignung zur Klebflächenvorbehandlung für das Kleben mit Polyurethanklebstoffen überprüft worden. Dabei stellte sich heraus, daß an den Klebverbindungen Kohäsionsbrüche eintraten, die Adhäsion zwischen der behandelten Kunststoffoberfläche und dem Klebstoff war somit gut. Ob gegebenenfalls auch kürzere Behandlungszeiten bei Verwendung von PUR-Klebstoffen zu guten Klebfestigkeiten führen, wurde nicht untersucht.

Wie unzulänglich haftfestigkeitsverbessernde Maßnahmen an Kunststoffen mit der im Zugscherversuch ermittelten Klebfestigkeit beurteilt werden können, zeigt besonders deutlich die Vorbehandlung von PP und PE im Plasma bzw. mit Chromschwefelsäure. Bei beiden Kunststoffen ist, nachdem die Klebfestigkeit

ihr Maximum erreicht hat, durch längeres Vorbehandeln keine Steigerung mehr möglich. Im Bruchverhalten der Kunststoffteile zeigen sich jedoch bei verlängerter Behandlungszeit noch Veränderungen. So wurden bei gleichem Festigkeitsniveau an PE-Stahl-Klebverbindungen nach einer Beize des PE-Teiles in Chromschwefelsäure drei Bruchformen festgestellt, Bild 7.22:

- 1.) Überwiegend adhäsives Versagen an Kunststoff und Metall
- 2.) Abbrechen des Kunststoffteiles im Bereich der Überlappung
- 3.) Bleibende Verformung des Kunststoffteiles, d.h. die Verbindung versagt nicht.

Das veränderte Bruchverhalten deutet auf ein durch die längere Vorbehandlung verbessertes Adhäsionsvermögen hin. Weiterführende Untersuchungen haben ergeben, daß mit anderen Prüfverfahren Änderungen der Haftfestigkeit auch dann noch festgestellt werden können, wenn die im Zugscherversuch ermittelte Klebfestigkeit konstante Werte annimmt /7.36/.

## **8. Prüfung zur Alterungsbeständigkeit von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen**

Ein zentrales Problem beim Kleben ist die Alterung der Verbindungen, durch die ihr frühzeitiges Versagen möglich ist. Die Alterung kann sogar soweit voranschreiten, daß unbelastete Klebverbindungen nur infolge des Eigengewichtes der Fügeteile auseinanderfallen. Bei der Alterung muß zwischen Grenzschichtalterung, Klebstoffalterung und bond-line-corrosion unterschieden werden. Alle drei Alterungsvorgänge wirken gleichzeitig auf die Festigkeit der Klebverbindung ein.

Alterungsvorgänge sind bei sehr vielen Klebverbindungen festgestellt worden. Daraus folgt, daß die Alterung von Klebverbindungen eines der zentralen Probleme der Klebtechnik ist. Es ist allerdings auch die Fragestellung, zu deren Lösung der größte zeitliche Aufwand notwendig ist. Als besonders erschwerend wirkt sich aus, daß die Alterungsvorgänge in den Klebverbindungen bisher noch nicht vollständig geklärt sind. Bekannt ist jedoch, daß die alterungsbedingte Schwächung vorwiegend durch Feuchtigkeit und Wärme hervorgerufen wird /8.1/.

Erschwerend kommt bei den Alterungsuntersuchungen hinzu, daß derzeit noch kein Kurzzeitprüfverfahren bekannt ist, das exakte Schlüsse auf das Langzeitverhalten zuläßt. Lediglich aus dem Keiltest und dem "nassen" Schältest lassen sich gewisse Rückschlüsse auf die Alterungsbeständigkeit der Verbindung ziehen: Verbindungen, die in diesen Tests die besseren Ergebnisse erzielen, dürften eine höhere Alterungsbeständigkeiten aufweisen. Für den Keiltest soll dieser Zusammenhang an Aluminiumklebverbindungen nachgewiesen worden sein /8.2/.

Bei Kunststoff-Metall-Klebverbindungen können die beiden Fügeteile, die beiden Adhäsionsbereiche und der Klebstoff altern. Alterungsvorgänge der metallischen Fügeteile sind zum Teil in Form von Korrosion einfach festzustellen. Die Alterung des Kunststoffes und des Klebstoffes zeigt sich meistens nicht so

augenfällig. Ihre Auswirkung kann häufig nur durch Versuche, z.B. durch den Zugversuch, festgestellt werden. Das gilt auch für die Alterungsvorgänge in den Adhäsionsbereichen. Zur Klärung der Alterungsvorgänge und zur Optimierung der Alterungsbeständigkeit ist es jedoch notwendig, die einzelnen Alterungsvorgänge voneinander zu trennen.

Mit zwei Versuchsreihen sollen erste Aussagen zur Alterungsbeständigkeit von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen gemacht werden. Geprüft wird mit dem Keiltest als Kurzzeitversuch und durch die Freibewitterung von Zugscherproben als Test unter realen Alterungsbedingungen.

### 8.1 Keiltest

Im Keiltest sollte ermittelt werden, wie sich die Adhäsionsbereiche Kunststoff-Klebstoff und Metall-Klebstoff bei der Einwirkung von mechanischen Spannungen, Wärme und hoher Luftfeuchtigkeit verhalten. Es ist möglich, aus dem Bruchverhalten Rückschlüsse darauf zu ziehen, welches der Adhäsionssysteme anfälliger für Alterung ist. Es galt weiterhin zu prüfen, ob durch unterschiedliche Vorbehandlungen des POM die Ergebnisse der Versuche beeinflusst werden und wie sich unterschiedliche Werkstoffpaarungen auf das Versuchsergebnis auswirken.

Bei den Versuchen handelt es sich um erste Versuchsreihen zum Keiltest an Kunststoff-Metall-Klebverbindungen. Weil weiterhin noch keine ausreichende Korrelation mit Langzeittests vorhanden ist, können noch keine abschließenden Angaben über die Aussagefähigkeit dieses Tests gemacht werden.

Für den Keiltest wurden folgende Klebflächenvorbehandlungen der Fügeteile durchgeführt:

- Vorbehandlung des Aluminiums und des Stahls:  
Schmirgeln mit Schleifleinen 80er Korn



- Vorbehandlung des POM (alternativ):
  - Beizen im Satinierbad 90°C, 45 sec
  - Beizen in Chromschwefelsäure 21°C, 100 sec
  - Beizen in Phosphorsäure 60°C, 60 sec

Das Beizen im Satinierbad und in Chromschwefelsäure hatte im Zugscherversuch gute Klebfestigkeiten ergeben. Beim Beizen in Phosphorsäure waren geringere Klebfestigkeiten ermittelt worden, (siehe Kapitel 6.2.3.1).

Mit dem Schmirgeln der Metalloberflächen wurde immer dann, wenn das POM gut vorbehandelt war, ein Fügeteilbruch im Kunststoffteil erreicht, d.h. es führte zu guten Adhäsionsfestigkeiten im Bereich Metall-Klebstoff.

Alle Prüflinge sind mit dem Epoxidharz Araldit AW 106 geklebt worden; Abbindebedingungen: 40°C, 4 Stunden.

Bei der Auswertung der Ergebnisse des Keiltestes stellte sich heraus, daß die Rißverfolgungszeiträume nicht optimal gewählt waren. Besonders für die mit Stahl ausgeführten Verbindungen kann nicht gesagt werden, ob nach 24 Stunden das Rißwachstum bereits beendet ist oder nicht. Es wurde daher darauf verzichtet, die einzelnen Meßpunkte in den Diagrammen mit einem Kurvenzug zu verbinden. Durch einen Kurvenzug kann der gegebenenfalls falsche Eindruck entstehen, daß das Rißwachstum zwischen 6 und 24 Stunden zum Stillstand gekommen ist. Aus diesem Grund sind die Meßpunkte nur durch Geraden miteinander verbunden worden.

Das Ergebnis des Keiltests von Stahl-POM-Verbindung zeigen **Bild 8.1** und **Bild 8.2**. Für diesen Test wurde POM in Chromschwefelsäure gebeizt (100 s, 22°C). Die Probe in **Bild 8.1** wird beispielhaft gezeigt, da der Bruchvorgang und die Rißausbreitung bei den meisten POM-Metall-Keiltestproben ähnlich war. Im **Bild 8.1** ist links die Bruchfläche des Stahlteiles schematisch dargestellt, rechts das Rißwachstum während der Prüfzeit. Im

Bruchbild zeigen die kreuzschraffierten Bereiche an, daß hier der Klebstoff beim Bruch auf dem Stahlteil verblieben ist. In den nicht schraffierten Bereichen ist der Klebstoff auf dem Kunststoff haften geblieben; es liegt ein Adhäsionsbruch am Stahl vor.

Verfolgt man den Bruch entlang der Keilprobe, **Bild 8.1**, so ergibt sich folgendes Bruchverhalten: die ersten 20 mm der Probe waren durch eine PE-Folie voneinander getrennt, um einen definierten Anriß zu erhalten. Da keine Klebverbindung vorhanden war, ist hier kein Bruch eingetreten. Im Bereich des Anfangsrisses  $a_0$  ist die Verbindung an der Kunststoffseite gebrochen. Dies entspricht dem Bruchverhalten im Zugscherversuch. Auch hier verlief der Bruch im Kunststoffteil. Ähnlich wie beim Zugscherversuch erfolgt der Bruch im Bereich des Anfangsrisses bei einer relativ hohen Belastungsgeschwindigkeit und bei Raumklima. Das erklärt, daß bei den unterschiedlichen Prüfverfahren ein gleiches Bruchverhalten eingetreten ist.

Während der ersten zwei Stunden der Lagerung im feuchtwarmen Klima (siehe Kap. 4.3.2) wanderte der Bruch auf der Kunststoffseite weiter. Danach wechselte er auf die Stahlseite über. Infolge der Versuchsbedingungen war nicht mehr der Adhäsionsbereich Kunststoff-Klebstoff der schwächste Bereich in der Verbindung, sondern das System Metall-Klebstoff. Hier ist durch die Einwirkung der Feuchtigkeit die Adhäsion so geschwächt worden, daß jetzt der Bereich Kunststoff-Klebstoff die höheren Festigkeiten aufweist, was zum Wechsel des Bruches vom Kunststoff zum Metall führt. Hieraus folgt, daß der Adhäsionsbereich Stahl-Epoxidharz alterungsanfälliger ist als der Bereich POM-Epoxidharz.

Es zeigt sich weiterhin, daß nach einer Lagerung von 6 h das Rißwachstum weitgehend beendet ist. Zwischen 6 und 24 h ist der Riß nur noch 5 mm länger geworden. Aufgrund der Meßpunkte kann jedoch nicht gesagt werden, ob nach 24 h noch ein weiteres Rißwachstum zu erwarten ist oder nicht. - Für die Aussage, daß

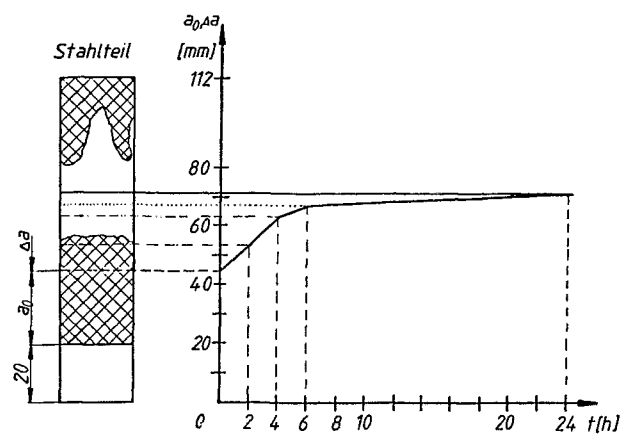
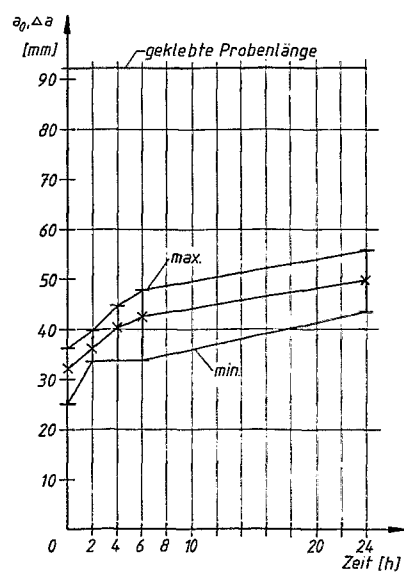


Bild 8.1 Rißwachstum in einer Keilprobe; POM-Stahl-EP

Bild 8.2 Mittleres Rißwachstum und Streuung der Ergebnisse einer Probenreihe (POM-Stahl-EP)



der Riß nicht mehr wächst, darf zwischen zwei Prüfzeiten kein Rißwachstum mehr festgestellt werden. - Die wegen des Rißwachstums und der Relaxation der Kunststoffe inzwischen stark ver-

ringerte Spannung an der Rißspitze läßt eine verminderte Rißwachstumsgeschwindigkeit erwarten. Es muß daher bei großen Rißlängen sehr genau beobachtet werden, ob der Riß noch weiter wächst.

Auf den Adhäsionsbruch am Stahl folgt wieder ein Bruch auf der Kunststoffseite. Dieser Bruch entstand, als am Ende des Versuchs die Teile zur Durchführung der Bruchflächenanalyse gewaltsam voneinander getrennt worden sind. Dabei ergab sich ein ähnlicher Belastungszustand wie beim Eintreiben des Keiles zu Beginn des Versuches. Mit hoher Belastungsgeschwindigkeit wurden die Fügeteile ohne eine Belastung durch Wasser voneinander getrennt. Bevor jedoch der Bruch auf die Kunststoffseite wechseln konnte, versagte die Probe zunächst noch in einem während der feuchtwarmen Lagerung geschädigten Oberflächenbereich am Stahlteil.

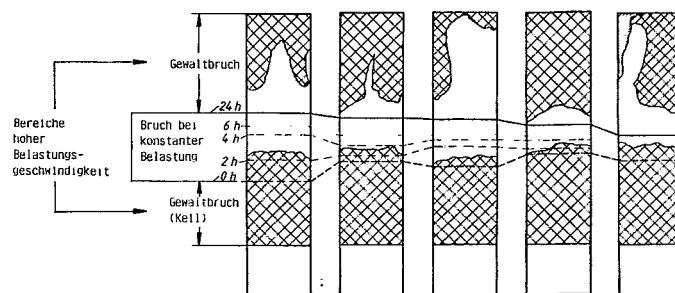
Das Bruchverhalten der Keilproben während des Versuchs läßt folgenden Schluß zu:

Wenn gleichzeitig mechanische Spannungen und eine hohe Luftfeuchtigkeit an der Klebverbindung vorhanden sind, kommt es kurzfristig zur Verminderung der Adhäsion im Bereich Klebstoff-Stahl.

Offensichtlich begünstigen die Spannungen an der Rißspitze Reaktionen zwischen Wasser und Klebstoff bzw. Wasser und Stahl, die zu einer Verminderung der Adhäsion führen. Diese Vermutung wird dadurch gestützt, daß Vorgänge bekannt sind, bei denen durch mechanische Spannungen chemische Abläufe beeinflußt werden /8.3/.

Im **Bild 8.3** sind die Bruchflächen der Stahlteile und das Rißwachstum der Proben gezeigt. Bei der Bruchflächenbetrachtung ist im Bereich der Restbrüche ein Unterschied zwischen dem außen an der Probe gemessenen Rißwachstum und der am Adhäsionsbruch sichtbar werdenden Schädigung des Adhäsionsbereiches Stahl-Klebstoff zu erkennen. Der Unterschied beruht darauf, daß

während der Lagerung der Proben in einem Bereich vor der Rißspitze die Schädigung des Adhäsionsbereiches noch nicht so stark ist, daß ein Bruch erfolgt. Erst beim endgültigen Trennen der Proben nach dem Ende der Lagerung erfolgt dann auch in diesen Bereichen der Bruch an der Oberfläche des Stahlteiles. Die andere Möglichkeit, daß im Bereich der Schädigung am Metallteil der Riß doch schon vorangeschritten war, beim Messen jedoch das tatsächliche Reißende nicht erfaßt worden ist, ist unwahrscheinlich. Bei vier von fünf Proben einer Versuchsreihe ist, wie **Bild 8.3** zeigt, ein beträchtlicher Unterschied zwischen dem nach 24 Stunden ermittelten Ende des Rißwachstums und der Änderung des Bruchverhaltens festgestellt worden. Hieraus kann geschlossen werden, daß die Veränderungen des Adhäsionsbereiches Stahl-Klebstoff, die reversibel sein kann /8.13/, dem Riß voraneilt. Dieser Erkenntnis kommt bei der Bewertung von Alterungsvorgängen, wie noch zu sehen sein wird, eine große Bedeutung zu.



**Bild 8.3** Bruchflächen der Stahlteile und Rißwachstum beim Keiltest; POM-Stahl-Epoxidharz

Das **Bild 8.3** zeigt weiterhin, daß bei allen fünf Proben der Versuchsreihe das gleiche Bruchverhalten festgestellt wurde; allerdings ist beim Rißwachstum ein gewisser Streubereich ermittelt worden. Das mittlere Rißwachstum dieser Versuchsreihe und die Streubereiche zeigt **Bild 8.2**.

Bei allen Proben war bei der Bruchflächenbetrachtung der Bruchwechsel von der Kunststoff- zur Stahloberfläche und zurück zu erkennen. Die am Metall und am Kunststoff haftenden Klebstoffreste ergänzen sich zu einer kompletten Klebschicht. Im Bereich des Bruchwechsels traten schmale Zonen mit einem beidseitigen Adhäsionsbruch auf.

Der während der Lagerzeit erfolgte Bruchwechsel vom Kunststoff zum Stahl läßt darauf schließen, daß das Wasser an der Stahloberfläche Bindungen zwischen Klebstoff und Metall in weit stärkerem Maße schwächt, als das eventuell auf der Kunststoffseite der Fall ist. Ob am Kunststoffteil ebenfalls eine Verminderung der Adhäsion eintritt oder nicht, kann aus diesem Versuch nicht geschlossen werden. Dazu werden noch Keilversuche mit POM-POM-Verbindungen durchgeführt, auf die später eingegangen wird.

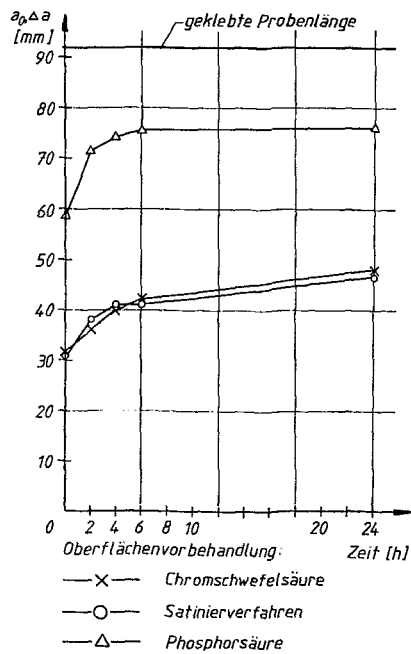


Bild 8.4 Keiltest, POM unterschiedlich vorbehandelt

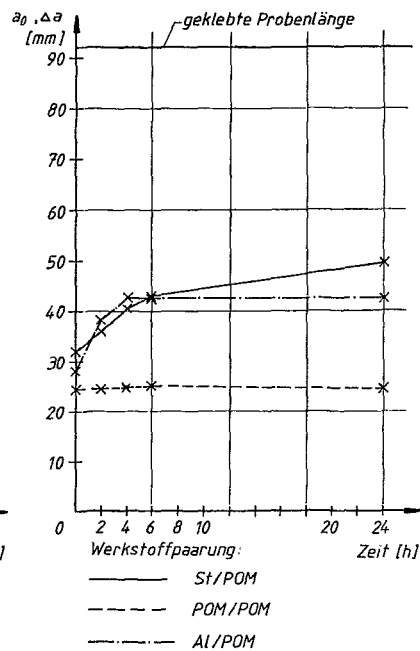


Bild 8.5 Keiltest mit verschiedenen Werkstoffpaarungen

Im **Bild 8.4** ist das Rißwachstum für drei Probenreihen gezeigt, für die die POM-Teile unterschiedlich vorbehandelt wurden. Auf die Darstellung der Streubereiche wurde der besseren Übersicht wegen verzichtet.

Die Versuche zeigen, daß bei den "guten" Vorbehandlungen mit Chromschwefelsäure bzw. im Satinierbad eine kürzere Anfangsrißlänge  $a_0$  als bei der "schlechten" Vorbehandlung mit der Phosphorsäure festgestellt wurde. Das Rißwachstum während der feuchtwarmen Lagerung war bei allen drei Vorbehandlungsverfahren etwa gleich. Das Bruchverhalten der mit Phosphorsäure vorbehandelten Proben unterscheidet sich jedoch von dem der anderen Kunststoffteile. Während bei den anderen Proben ein Bruchwechsel vom Kunststoff zum Stahl auftrat, wurden bei den phosphorsäurebehandelten POM-Teilen auch während der feuchtwarmen Lagerung nur Brüche am Kunststoffteil festgestellt.

Das **Bild 8.4** zeigt weiterhin, daß nach 24stündiger Versuchsdauer der Riß an den mit Phosphorsäure behandelten Proben wesentlich weiter vorangeschritten ist als bei den beiden anderen Vorbehandlungen. Während das Rißwachstum an den mit Phosphorsäure behandelten Teilen inzwischen zum Stillstand gekommen ist, scheint das Wachstum des Risses bei den beiden anderen Proben noch nicht beendet zu sein. Der Kurvenzug geht jedoch in eine Waagerechte über. Somit kann vermutet werden, daß eine Vorbehandlung des POM mit Phosphorsäure zu einem schlechteren Alterungsverhalten führt als eine Vorbehandlung mit Chromschwefelsäure bzw. im Satinierbad.

Im **Bild 8.5** ist das Rißwachstum für verschiedene Werkstoffpaarungen dargestellt, Vorbehandlung des POM: Beizen in Chromschwefelsäure. Die Werkstoffpaarung POM-Aluminium zeigt bei längeren Lagerzeiten ein geringeres Rißwachstum als die Paarung POM-Stahl. Das Rißwachstum ist nach sechs Stunden abgeschlossen. Das Bruchverhalten ähnelt dem der Stahl-POM-Proben, allerdings ist der Bereich des Adhäsionsbruches am Metall kleiner als bei den Stahlproben.

Aus dem Bruchverhalten und aus dem nach sechs Stunden zum Stillstand gekommenen Rißwachstum läßt sich folgern, daß die Aluminium-POM-Verbindungen eine höhere Alterungsbeständigkeit aufweisen als die Stahl-POM-Verbindungen. Wie lange sie beständig sind, kann jedoch nicht gesagt werden. Vergleicht man das Ergebnis mit den bei Boeing gemachten Erfahrungen /8.2/, so dürfte diese Verbindung jedoch keine befriedigende Alterungsbeständigkeit zeigen. Das war aber auch nicht zu erwarten, da das Aluminium lediglich geschmirgelt und nicht gebeizt worden ist. Beizen und anodisieren ist jedoch notwendig, wenn gute Alterungsbeständigkeiten am Aluminium erzielt werden sollen /8.4/.

Das Bild 8.5 zeigt weiterhin, daß bei den POM-POM-Verbindungen kein Rißwachstum aufgetreten ist. Dieses Verhalten des Kunststoffes ist noch mit zwei weiteren Vorbehandlungsverfahren überprüft worden. Wie Bild 8.6 zeigt, war auch in diesen Fällen kein Rißwachstum während der Lagerzeit vorhanden. Die Versuchsreihen unterscheiden sich nur in der Länge des Angriffes  $a_0$ .

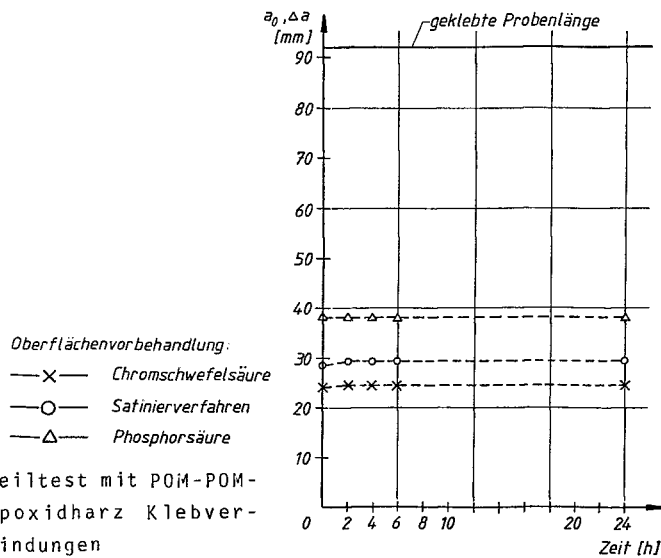


Bild 8.6 Keiltest mit POM-POM-Epoxidharz Klebverbindungen



Auf Grund dieses Bruchverhaltens kann vermutet werden, daß das eingesetzte Adhäsionssystem POM-Epoxidharz weniger anfällig für Reaktionen mit Wasser ist.

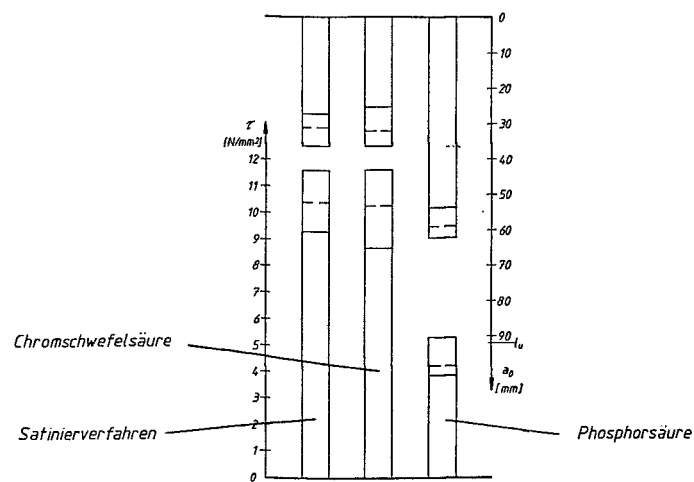
Die unterschiedlichen Anfangsrißlängen müssen auf die unterschiedlichen Wirkungen der einzelnen Beizbäder zurückgeführt werden. Auf diesen Aspekt des Keiltestes wird zu einem späteren Zeitpunkt noch einmal eingegangen. Die Anfangsrißlänge beim Keiltest mit POM-POM-Verbindungen zeigt beim Vergleich zwischen der Vorbehandlung mit Chromschwefelsäure und dem Satiernverfahren Unterschiede in der Anrißlänge und damit in der Haftfestigkeit, **Bild 8.6**, die mit dem Zugscherversuch an Kunststoff-Metall-Klebverbindungen nicht ermittelt wurden, **Bild 8.7**. Auch die Anfangsrißlänge beim Keiltest von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen ergab diese Differenzierung nicht, **Bild 8.5**.

Die Ursache für diese Diskrepanz konnte nicht geklärt werden. Aufgrund der Versuchsergebnisse kann gesagt werden, daß mit dem Beizen in Chromschwefelsäure höhere Festigkeiten an POM-Stahl-Klebverbindungen erreicht werden als beim Vorbehandeln im Satiernverfahren (siehe Kapitel 7.2.3.1.). Somit könnte es sich um Unterschiede handeln, die auf unterschiedlichen Randbedingungen beruhen, die bei der Fertigung der Proben gegeben sind. Andererseits besteht auch die Möglichkeit, daß die Unterschiede durch die verschiedenen Materialpaarungen (POM-POM bzw. POM-Metall) entstehen, die zu einer andersartigen Ausbildung der Spannungen in den Proben führen.

Bei der Vorbehandlung des POM mit Phosphorsäure tritt noch eine weitere Unstimmigkeit zwischen den Versuchsergebnissen auf. Während in POM-POM-Klebverbindungen durch die Lagerung kein Rißwachstum verursacht wurde, **Bild 8.6**, hat bei den POM-Stahl-Proben eine Rißausbreitung stattgefunden, **Bild 8.4**, obwohl bei den Proben nur Brüche auf der Kunststoffseite festgestellt wurden. Die Ursache für dieses Verhalten dürften die unterschiedlichen Materialpaarungen POM-POM bzw. POM-Stahl sein. Bei den POM-Stahl Verbindungen wird das Stahlteil kaum verformt, so

daß das POM-Teil stärker gebogen wird als in den POM-POM-Verbindungen. Dies führt zu einer höheren Belastung des POM-Teiles, was die Rißausbreitung verursacht haben könnte.

Zum Abschluß soll noch auf einen weiteren Aspekt des Keiltestes eingegangen werden. In **Bild 8.7** ist die Anfangsrißlänge des Keiltestes mit den Festigkeiten des Zugscherversuches für drei unterschiedliche Vorbehandlungen des POM miteinander verglichen worden. Es zeigt sich, daß durch die Vorbehandlung mit dem Satinierbad und der Chromschwefelsäure hohe Klebfestigkeiten und geringe Anfangsrißlängen erzielt werden. Bei einer Vorbehandlung mit Phosphorsäure wird eine geringe Klebfestigkeit und eine lange Anfangsrißlänge festgestellt.

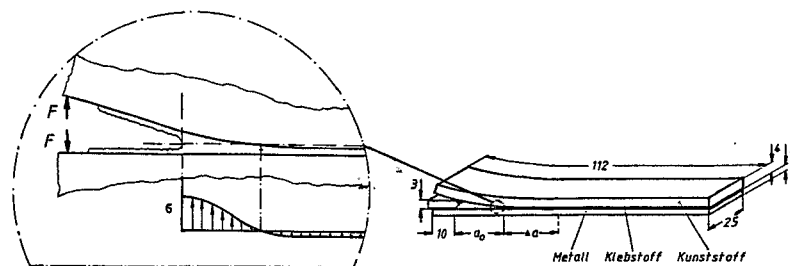


**Bild 8.7** Klebfestigkeit von POM-Stahl-Klebschweißverbindungen und Anfangsrißlängen von POM-POM-Keiltestproben

Dieses Ergebnis überrascht nicht, denn die Anfangsrißlänge ist ein charakteristisches Maß für den Klebverbund. Etwas überraschend ist allerdings, daß der Zugscherversuch mit seinem aus Normal- und Schubspannungen zusammengesetzten Belastungszustand

offensichtlich eine bessere Auflösung hat als der Keiltest. Während im Zugscherversuch die Festigkeit der Verbindung durch die Änderung des Beizmittels von Phosphorsäure in Chromschwefelsäure von  $\tau = 4,2$  auf  $\tau = 10,3 \text{ N/mm}^2$ , also um den Faktor 2,5 gesteigert werden konnte, wuchs die Anfangsrißlänge nur um das 1,9-fache von  $a_0 = 31$  auf  $a_0 = 59 \text{ mm}$ . Da der Keiltest, wie Bild 8.8 zeigt, an der Rißspitze überwiegend Normalspannungen erzeugt, müßte er zur Prüfung der Adhäsion besser geeignet sein. Normalspannungen eignen sich besser zur Adhäsionsprüfung als Schubspannungen /8.5/.

Die bessere Auflösung des Zugscherversuches gilt jedoch nur solange, wie lediglich die Anrißlänge mit der Klebfestigkeit verglichen wird. Bezieht man die beim Keiltest an der Rißspitze wirkenden Kräfte in den Vergleich ein, so ergibt sich ein anderes Bild.



**Bild 8.8** Spannungsverteilung im Keiltest (nach Bethune /8.6/)

Bei einer Keilprobe kann der vom Stahlteil abgelöste Bereich des Kunststoffteiles in erster Näherung als einseitig eingespannter Balken betrachtet werden. Der geklebte Bereich der Probe ist die Einspannung. Wenn der Keil in die Probe eingedrückt wird, so übt er auf das Kunststoffteil eine Kraft aus, die senkrecht zur Oberfläche steht. Diese Rißöffnungskraft steht mit der Rißlänge, der Rißöffnungsweite sowie dem Trägheitsmoment und dem E-Modul des Kunststoffteiles in einem ma-

thematischen Zusammenhang, der durch die Gleichung der Biegelinie des einseitig eingespannten Balkens gegeben ist. Berücksichtigt man, daß bei der Berechnung der Biegelinie die Balken-

$$f = (F \cdot l^3)/(3 \cdot E \cdot I)$$

länge in der dritten Potenz eingeht, so hat der Keiltest doch die bessere Auflösung.

Beim Vergleich der mit Chromschwefelsäure und Phosphorsäure vorbehandelten Proben ergab sich für die Phosphorsäure ein um den Faktor 1,9 längerer Anfangsriß. Die Rißöffnungsweite war in beiden Fällen gleich, sie entspricht der Keildicke. Setzt man diese Werte in die oben angegebene Gleichung ein, so

$$\begin{aligned} f_1 &= (F_1 \cdot l^3)/(3 \cdot E \cdot I) = (F_2 \cdot 1,9l^3)/(3 \cdot E \cdot I) \\ F_1 \cdot l^3 &= F_2 \cdot 1,9l^3 \\ F_1 &= 6,9 \cdot F_2 \end{aligned}$$

ergibt sich für die Vorbehandlung mit Chromschwefelsäure eine um den Faktor 6,9 erhöhte Rißöffnungskraft am Keil, gegenüber der Vorbehandlung mit Phosphorsäure.

Da in der Keilprobe die Summe aller Normalkräfte Null ist, muß der Rißöffnungskraft im intakten Bereich der Probe eine gleich große Kraft das Gleichgewicht halten. Da, wie **Bild 8.8** zeigt, im geklebten Bereich der Probe noch Reaktionskräfte auftreten, ist die am Rißbeginn wirkende Kraft noch größer als die Rißöffnungskraft. Die am Rißbeginn wirkende Kraft ist, wie **Bild 8.8** zeigt, keine Einzelkraft, sondern räumlich verteilt mit einem Maximum. Die Ausbildung des Kraftmaximums wird durch die Verformungsfähigkeit des Klebstoffes beeinflusst.

Die großen Unterschiede für die gemessene Haftfestigkeitssteigerung, 2,5-fach bzw 6,9-fach, berechtigen zu der Annahme, daß der Keiltest zur Prüfung der Adhäsion besser geeignet ist als

der Zugscherversuch. Diese Aussage wird gemacht, ohne daß näher darauf eingegangen wird, ob die in Bild 8.8 dargestellte Spannungsverteilung quantitativ auf eine Kunststoff-Metall-Keilprobe übertragbar ist, und ohne zu prüfen, ob durch die verwendete Gleichung der Balkenbiegung die Durchbiegung von Balken aus Kunststoff exakt beschrieben wird. Da sich obige Aussage bisher nur auf eine geringe Anzahl von Versuchen stützt, muß sie durch weitere Untersuchungen abgesichert werden. Dabei ist zu prüfen, ob die Kraft auf andere Weise als durch einen Keil aufgebracht und der Anfangsriß  $a_0$  nicht anders als bisher ermittelt werden kann, da das angewendete Verfahren doch sehr aufwendig ist.

In einer weiterführenden Untersuchung ist inzwischen für PP-Metall-Klebverbindungen mit Epoxidharz gezeigt worden, daß der Keiltest bei der Untersuchung der Klebflächenvorbehandlung im Niederdruckplasma eine bessere Auflösung als der Zugscherversuch aufweist /8.12/.

## 8.2 Freibewitterung

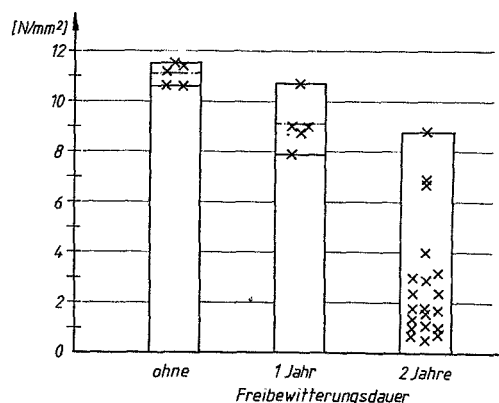
Zur Ermittlung der realen Alterungsbeständigkeit von Kunststoff-Metall-Klebverbindungen wurden Zugscherproben einer Freibewitterung ausgesetzt. Die Proben lagerten unbelastet auf dem Dach eines Gebäudes welches im Innenstadtbereich von Berlin liegt, so daß die Klebverbindungen einer relativ aggressiven Industrieluft ausgesetzt waren. Jeweils fünf Klebverbindungen sollten nach dem Ablauf eines Jahres geprüft werden.

Als Fügepartner für diesen Versuch wurden Stahl, POM und Araldit AW 106 gewählt. Die Stahlteile wurden geschmirgelt (80er Korn), und die POM-Teile in Chromschwefelsäure gebeizt (21°C, 100 sec). Diese Oberflächenvorbehandlungen hatten sich in Verbindung mit den gewählten Abbindeparametern sowohl im Zugscherversuch als auch im Keiltest bewährt. Nach dem Abbinden

des Klebstoffes (50°C, 3 h) erfolgte ein Rostschutzanstrich des Stahlteiles mit einer handelsüblichen Grundierung und einem Kunstharzlack, um das Stahlteil vor dem Verrosten zu schützen.

Das Ergebnis der Freibewitterung zeigt **Bild 8.9**, in dem die Klebfestigkeiten aller Proben eingetragen sind. Bei den Zweijahresproben wurde wegen der großen Streuung der Festigkeiten und wegen der unterschiedlichen Versagensmechanismen auf die Berechnung des Mittelwertes verzichtet. Bruchsymbole sind nicht eingetragen worden, da für das Versagen auf Grund von Korrosion kein Symbol definiert wurde.

Durch eine Freibewitterung mit einer Dauer von einem Jahr hatte sich die Klebfestigkeit von  $\tau = 11,1 \text{ N/mm}^2$  auf  $\tau = 9,1 \text{ N/mm}^2$  vermindert. Während bei der Klebfestigkeit ein Abfall festgestellt wurde, war bei der Bruchanalyse kein Unterschied zwischen den gealterten und den ungealterten Proben vorhanden. Auch bei den gealterten Prüflingen versagten die Kunststoffe sowohl in der Oberfläche als auch am Ende der Überlappung durch das Stahlteil. - Eine Klebfestigkeit von  $\tau = 9,1 \text{ N/mm}^2$  ist für die gewählten Fügepartnern ein hoher Wert, da in anderen Serien bei gleichem Bruchverhalten wesentlich geringere Festigkeiten erreicht wurden.



**Bild 8.9** Einfluß der Freibewitterung auf die Klebfestigkeit

**Bild 8.10** zeigt die Bruchfläche eines POM-Teiles am Übergang Klebstoff-Kunststoff; links oben: Klebstoff mit abgeformten Schmirgelriefen, rechts unten: Bruch im POM. Der Bruch im POM ist typisch für eine Klebverbindung, die nicht gealtert ist. Dieser Fügeteilbruch läßt als Erklärung für die Festigkeitsabnahme nur zu, daß der Kunststoff selbst während der Freibewitterung an Festigkeit verlor. Veränderungen im Klebstoff können für die verringerte Klebfestigkeit nicht verantwortlich sein, da ein Festigkeitsverlust nur bei einem versprödeten Klebstoff zu erwarten ist, siehe Kapitel 6.3.2. Eine Versprödung des Klebstoffes durch die Freibewitterung ist jedoch unwahrscheinlich, es tritt eine Weichmachung durch eindiffundiertes Wasser ein /8.7/.



**Bild 8.10** Bruchfläche des POM-Teiles einer Klebverbindung nach einem Jahr Freibewitterung

Für die Annahme, daß vor allem Alterungsvorgänge im POM zur Abnahme der Klebfestigkeit führen, spricht auch das Bruchverhalten der Proben nach zwei Jahren Freibewitterung. So versagen einige Verbindungen zwar im Kunststoffteil, die ermittelten

Klebfestigkeiten liegen jedoch mit  $\tau = 8,8 \text{ N/mm}^2$  und  $\tau = 6,9 \text{ N/mm}^2$  weit unterhalb der Anfangsfestigkeit von  $\tau = 11,1 \text{ N/mm}^2$ .

Nach einer Freibewitterung von einem Jahr war an keinem geprüften Teil ein Rostansatz oder eine sonstige Schädigung vorhanden. Dies änderte sich jedoch innerhalb des nächsten Jahres.

Nach zweijähriger Lagerung mußte der auf mehrere Jahre angelegte Freibewitterungsversuch abgebrochen werden. Viele Proben zeigten außen einen deutlich sichtbaren Rostansatz, der im allgemeinen von den Schnittkanten der Stahlteile ausging. Hier war offensichtlich nur ein ungenügender Korrosionsschutz durch den Anstrich erreicht worden. Prüflinge mit sehr starken äußeren Rostansätzen waren innerhalb der Klebfuge völlig korrodiert. Bei den anderen Proben ist in der Fuge nur ein teilweiser Korrosionsangriff festgestellt worden.

Die ermittelte Klebfestigkeit war bei den meisten Proben relativ gering, **Bild 8.9**. Diese Proben brachen in der Klebfläche. Einige Proben hingegen wiesen eine Klebfestigkeit und ein Bruchverhalten auf, wie es bei nicht gelagerten Proben festgestellt wird. Allerdings wurde gegenüber der Anfangsfestigkeit von  $\tau = 11,1 \text{ N/mm}^2$  ein beträchtlicher Festigkeitsabfall festgestellt.

In **Bild 8.11** ist eine Auswahl der Bruchflächen aus dem Probenkollektiv wiedergegeben. Auf jeder Probe ist die Bruchlast und die auf die ursprüngliche Klebfläche bezogene Klebfestigkeit angegeben. Die Auswahl zeigt nur die unterschiedlichen Bruchformen. Sie ist nicht repräsentativ für die Festigkeiten der Proben. Der Zusammenhang zwischen vermehrter Korrosion und verringerter Klebfestigkeit, wie er bei der Bruchflächenbeurteilung sichtbar wird, gilt jedoch auch für die anderen Proben.

In **Bild 8.12** sind die Bruchflächen einiger Proben vergrößert gezeigt, damit die Einzelheiten besser zu erkennen sind.



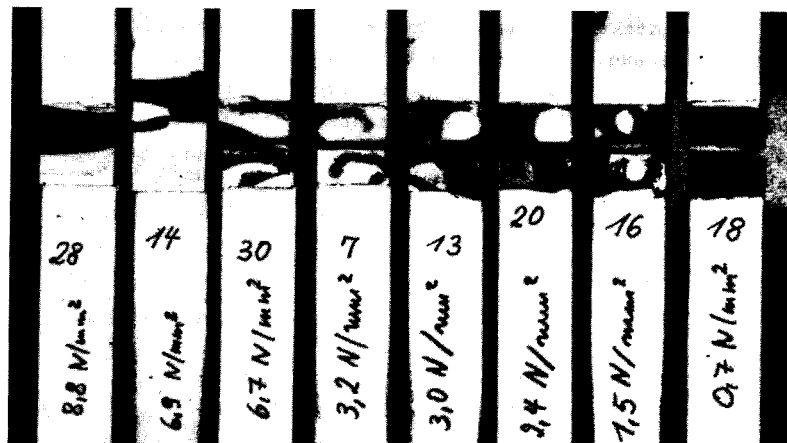


Bild 8.11 Bruchflächen von Freibewitterungsproben

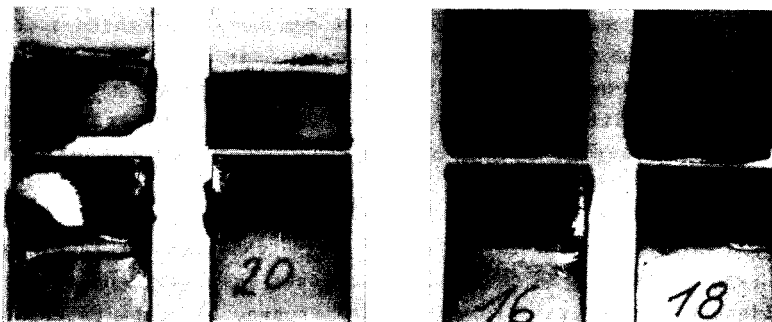


Bild 8.12 Bruchflächen von Freibewitterungsproben (vergrößert)

Bei der Bruchflächenbetrachtung zeigt sich, daß die Korrosionsprodukte des Eisens auch an den Kunststoffteilen, d. h. mit dem Klebstoff am Kunststoffteil haften.

Die Proben Nr.14 und Nr.28 sind im Kunststoff gebrochen. Es kann folglich angenommen werden, daß die Klebverbindung noch nicht geschädigt ist. Die Probe Nr. 30 ist zwar auch noch auf relativ hohem Festigkeitsniveau im Kunststoff gebrochen, zeigt jedoch schon einen starken Rostansatz. Alle anderen Proben

haben bei starkem Rostansatz nur noch eine geringe Festigkeit. Dies gilt, wenn die Klebfestigkeit auf die ursprüngliche Klebfläche bezogen wird. Der Festigkeitsverlust ist bei den Proben hoch, bei denen die Korrosionsbereiche groß sind. Berücksichtigt man den korrodierten Anteil der Klebfläche bei der Berechnung der Klebfestigkeit nicht, so ist festzustellen, daß die Proben Nr. 7, 13 und 20 eine ähnliche Festigkeit hatten wie die Proben 14 und 28, die im Fügeteil gebrochen sind. Die geringen Klebfestigkeiten der korrodierten Proben innerhalb des Zweijahreskollektivs müssen folglich im wesentlichen auf der Korrosion der Stahlteile beruhen.

Die Bruchbilder zeigen neben den Korrosionsbereichen noch drei weitere Bruchformen: den Adhäsionsbruch am Stahl, Bruchbereiche, in denen noch Klebstoff auf dem Stahl vorhanden ist, und den Fügeteilbruch im POM. Die Korrosionsbereiche und die Bereiche, in denen noch Klebstoff auf dem Stahl vorhanden sind, sind durch die Adhäsionsbruchflächen am Stahl voneinander getrennt. Bei den Proben 7, 13 und 30 sind dort, wo sich noch Klebstoff am Stahl befindet, Brüche im POM eingetreten. Dies zeigt, daß in diesem Bereich noch eine sehr gute Adhäsion vorhanden ist.

Die Alterung führt in Teilbereichen zum Nachlassen der Adhäsion am Stahl, was sich an den Adhäsionsbrüchen bemerkbar macht. Adhäsionsbrüche am Stahl kamen bei den Proben, die ohne Lagerung geprüft wurden, nicht vor. Wie groß der Verlust an Adhäsionsfestigkeit ist, wenn der Bruch am Stahl und nicht mehr im Kunststoff eintritt, kann aus den vorliegenden Ergebnissen jedoch nicht geschlossen werden.

Bei der Bruchflächenbetrachtung fällt die Probe Nr. 7 auf. Hier hat sich die Korrosion von der einen Seite der Probe ausgehend fadenförmig über die Klebfläche ausgedehnt. Auch bei den Proben 13, 16 und 20 kann man annehmen, daß anfänglich eine ähnliche Korrosionsausbreitung wie in Probe 7 stattgefunden hat, da die korrodierte Oberfläche ebenfalls zwischen intakten Bereichen

der Klebfläche liegt. Vermutlich hat sich die Korrosion, vom ursprünglichen Faden ausgehend, zwischenzeitlich auch quer zur Fadenrichtung weiter ausgebreitet.

Bei der Korrosion der Probe 7 handelt es sich um eine Form der Faden- bzw. Filigrankorrosion, bei der sich der Korrosionsfaden relativ breit ausbildet. Fadenkorrosion tritt auf polierten Stählen oder unter Lacküberzügen auf /8.8/. Der Ausgangspunkt für die Korrosion ist eine gefährdete Stelle an der Oberfläche, wie zum Beispiel eine Verletzung der Lackhaut. Für die Fadenkorrosion wurden auch bei relativ geringer Luftfeuchtigkeit "vergleichsweise sehr hohe Werte der lokalen momentanen Rostgeschwindigkeit" gemessen /8.9/. Die Ursache für die Fadenkorrosion ist ein Belüftungselement am Kopf des Korrosionsfadens /8.8/.

Wenn der ursprünglich schmale Korrosionsfaden breiter wird, so dürfte als weitere bzw. andere Korrosionsform die Spaltkorrosion auftreten. Sie wird u.a. zwischen Metalloberflächen und dem Dichtungsmaterial von Ventilen beobachtet /8.9/. Die Spaltkorrosion entsteht durch Sauerstoffkonzentrationsunterschiede im Elektrolyten, der den Spalt füllt /8.9/. Der Elektrolyt für die Spalt- und die Fadenkorrosion wird durch verunreinigtes Regenwasser oder Tau gebildet, die sich auf den Freibewitterungsproben niederschlagen.

Bei der Betrachtung der Bruchflächen wurde festgestellt, daß die Korrosion von den Schnittkanten der Stahlteile ausgeht und von da aus in die Klebfuge gelangt. Die Schnittkanten müßten auch Ausgangspunkt für den normalen Rostvorgang an den Stahlfügeteilen sein. Dies ist tatsächlich der Fall. Die Stahlteile weisen auch an anderen Stellen Korrosion auf, die auch hier von den Schnittkanten ausgeht. Der Fortschritt der Korrosion unter dem Schutzanstrich war jedoch wesentlich geringer als in der Klebfuge. Während die Klebfuge zum Teil völlig unterrostet war, die Korrosion also mindestens einen Weg von 6 mm - das ist die halbe Überlappungslänge - in der Klebfuge zurücklegen mußte.

war der Rost unter dem Schutzanstrich maximal 1 mm vorangeschritten. Bei der Probe 7 hat die Korrosion sogar einen Weg von über zwanzig Millimeter in der Fuge zurückgelegt. Hier ist die Korrosion vergleichsweise sehr schnell vorangeschritten. Bei dem dargestellten Korrosionsvorgang handelt es sich um einen typischen Fall von bond-line-corrosion /8.13/.

Bemerkenswert ist weiterhin, daß auch an den Proben, die im Klebbereich vollständig korrodiert waren, die Korrosion von der Klebfläche aus kaum unter den Schutzanstrich vorangeschritten war. Das gleiche gilt auch für den Klebwulst. Auch hier gibt es Bereiche, die nicht korrodiert sind, während gleich nebenan im Bereich der Klebfläche das Stahlteil völlig verrostet ist.

Zur Klärung der Vorgänge in der Klebschicht wurden die Bruchflächen von drei Proben einer Bruchflächenanalyse im Rasterelektronenmikroskop unterzogen. An allen drei Proben sind prinzipiell die gleichen Strukturen festgestellt worden. Die Ergebnisse sind somit repräsentativ für alle Zweijahresproben.

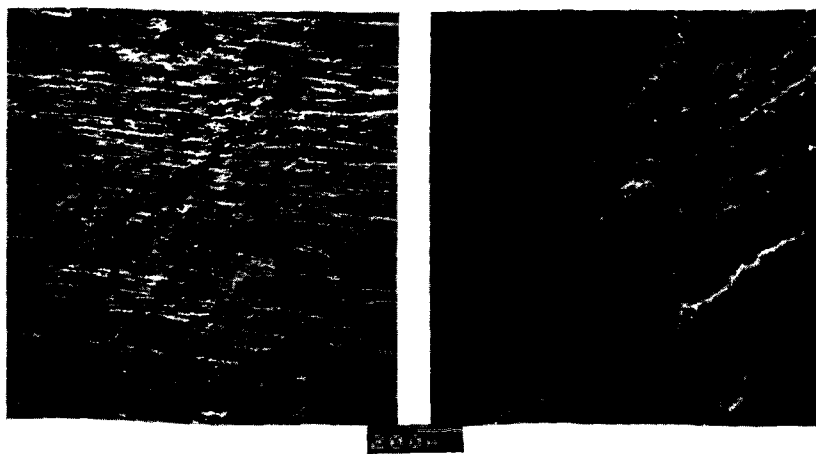
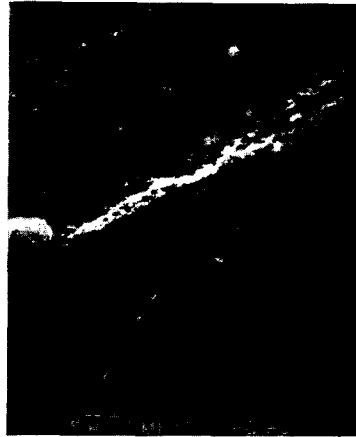


Bild 8.13 Bruchflächen zweier Stahlteile, 2 Jahre Freibewitterung



**Bild 8.14** Bruchfläche eines Stahlteiles

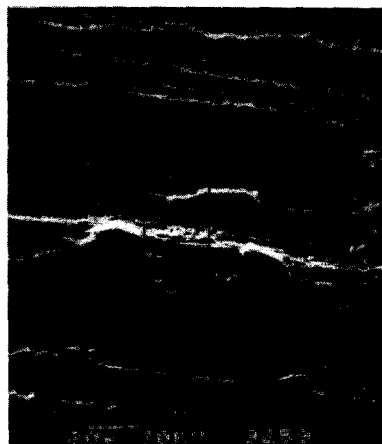


**Bild 8.15** Bruchfläche eines Stahlteiles

In **Bild 8.13** sind die Bruchflächen von zwei Stahlteilen gezeigt. In beiden Bildern zeichnen sich deutlich korrodierte Bereiche ab. Die Ausbreitungsrichtung der Korrosion wird von den Schmirgelriefen an der Stahloberfläche nicht beeinflusst. Aus den **Bildern 8.14 bis 8.16** wird ersichtlich, daß es sich bei diesen Bereichen tatsächlich um Korrosion handelt. Sie wurden an drei unterschiedlichen Stellen auf den Bruchflächen der Stahlteile aufgenommen und zeigen Korrosionsprodukte des Eisens, wie sie in unterschiedlicher Ausbildung vorkommen /8.10/. Bei den Nadelstrukturen in **Bild 8.16** handelt es sich um Magnetitnadeln /8.10/. Die Nadeln können nur dann entstehen, wenn sie in einen freien Raum wachsen können. Damit ergibt sich die Frage, wie an einer Stelle, an der eigentlich Klebstoff vorhanden sein müßte, ein Hohlraum entstanden ist.

Eine Erklärung hierfür liefert **Bild 8.17**. Es zeigt den gleichen Bereich wie **Bild 8.16**, jedoch mit einer stärkeren Vergrößerung. Der Bereich des **Bildes 8.17** liegt in der Mitte des **Bildes 8.16**. Die Schmirgelstruktur der Stahloberfläche ist an zwei Stellen

gestört - siehe Pfeil. Diese Bereiche haben sich angehoben. Zwischen ihnen befinden sich die Magnetitnadeln. Auf Grund des Bildes kann auf folgenden Ablauf geschlossen werden: Die Stahloberfläche hat sich in den beiden Bereichen angehoben. Der Klebstoff ist dadurch im Zwischenbereich von der Stahloberfläche abgelöst worden, so daß ein Hohlraum entstanden ist. In diesen Hohlraum konnten anschließend die Magnetitnadeln hineinwachsen. Das Anheben der Stahloberfläche kann nur auf einen Korrosionsvorgang des Stahles, der mit einer Volumenvergrößerung verbunden ist, zurückgeführt werden.



**Bild 8.16** Bruchfläche eines Stahlteiles



**Bild 8.17** Ausschnitt aus Bild 8.16

**Bild 8.18** zeigt die Bruchfläche eines anderen Stahlteiles. Das Bild ist im Übergangsbereich vom Adhäsionsbruch am Stahl zum korrodierten Bereich aufgenommen worden. Im größeren Teil des Bildes ist deutlich die ursprüngliche Oberfläche an der Schmirgelstruktur zu erkennen. Die Oberfläche wird in Teilbereichen von Rissen unterbrochen. Sie sind durch den Korrosionsvorgang entstanden. Teile der Oberfläche lassen sich offensichtlich relativ leicht vom Grundmaterial ablösen, da sowohl im rechten

oberen als auch im linken unteren Bereich des Bildes die ursprüngliche Stahloberfläche nicht mehr vorhanden ist. Dieser fehlende Teil der Oberfläche hängt mit dem Klebstoff am Kunststoffteil. Dies zeigen Bilder von der Bruchfläche des POM-Teiles. Hieraus läßt sich schließen, daß das Stahlteil in klebschichtnahen Bereichen durch Korrosion so geschädigt worden ist, daß beim Zugscherversuch hier der Bruch eintritt.

**Bild 8.19** zeigt die Bruchfläche des POM-Teiles, die dem gleichen Bruchbereich entnommen wurde, wie das eben betrachtete Stahlteil.



**Bild 8.18** Bruchfläche eines Stahlteiles

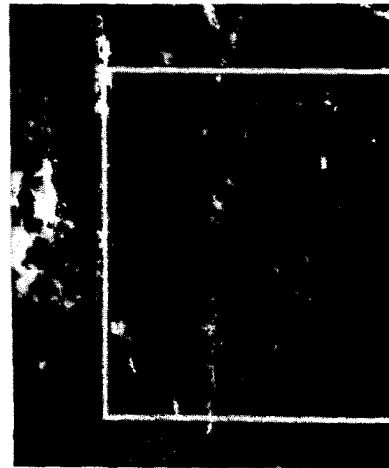
Es sind im Bild deutlich zwei Bereiche zu unterscheiden. Im Bereich rechts oben und an einigen weiteren Stellen zeichnen sich deutlich die Schmirgelriefen ab. Hier ist die Probe offensichtlich adhäsiv am Stahl gebrochen. Dies zeigt noch deutlicher **Bild 8.20**, eine Vergrößerung aus dem rechten oberen Bereich des **Bildes 8.19**. Eine Analyse dieses Bereiches innerhalb des in **Bild 8.20** umrandeten Bereiches ergibt, daß hier am Klebstoff nur sehr geringe Mengen von Eisen vorhanden waren, **Bild 8.21**. Dies dürften Eisenteile sein, die nach dem Schmir-

geln nur noch lose am Blech hafteten und somit leicht abgelöst werden konnten.

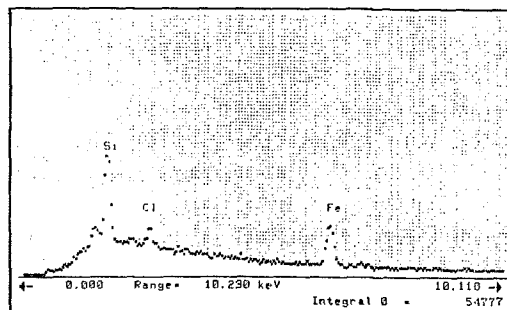
In den hell erscheinenden Bereichen des **Bildes 8.19** ist die Schmirgelstruktur nicht so deutlich zu erkennen. Hier werden die Riefen von anhaftenden Partikeln überdeckt. **Bild 8.22** zeigt eine stärkere Vergrößerung des hellen Bereiches von **Bild 8.19**. Ausgehend vom Erscheinungsbild liegt hier eine typische Eisenoxidstruktur vor /8.10/.



**Bild 8.19** Bruchfläche eines POM-Teiles



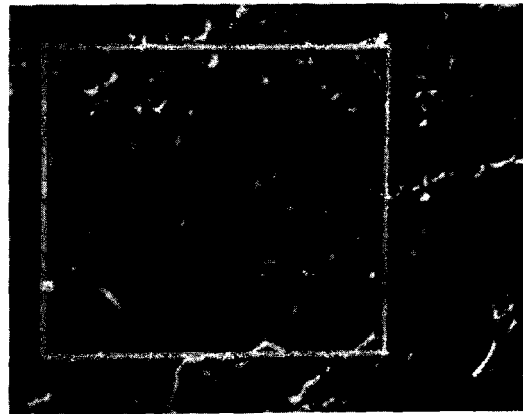
**Bild 8.20** Ausschnitt aus Bild 8.19



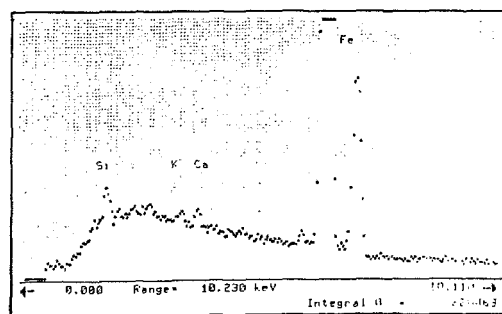
**Bild 8.21** Analyse des in Bild 8.20 eingezeichneten Bereiches



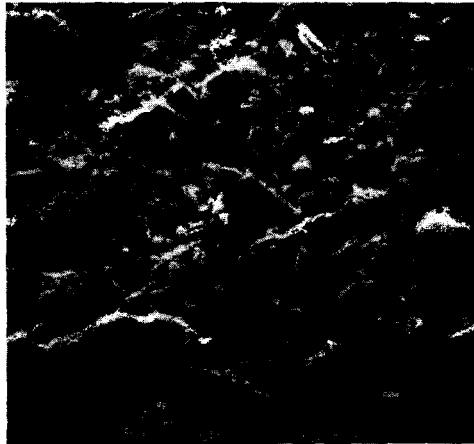
Die Analyse des umrandeten Bereiches zeigt **Bild 8.23**. Sie ergibt, daß die auf dem Klebstoff aufliegenden Teile eisenhaltig sind, was die eben gemachten Aussagen bestätigt. Ob es sich bei den Strukturen um reines Eisen, Eisenoxid oder Eisenhydroxid handelt, kann nicht gesagt werden, da mit der verwendeten energiedispersiven Analyse Wasserstoff und Sauerstoff nicht nachgewiesen werden können. Trotzdem kann festgestellt werden, daß im hellen Bereich des **Bildes 8.21** der Bruch der Klebverbindung in der Oberfläche des Stahlteiles erfolgt ist.



**Bild 8.22** Bruchfläche eines POM-Teiles



**Bild 8.23** Analyse der in Bild 8.22 gezeigten Struktur



**Bild 8.24** Bruchfläche eines POM-Teiles

Die eben gemachte Aussage soll durch die Betrachtung einer weiteren Bruchfläche gestützt werden. **Bild 8.24** zeigt ebenfalls die Bruchfläche eines POM-Teiles. Es sind nadelförmige Strukturen zu sehen, die auf Grund ihrer Form eindeutig als Korrosionsprodukte des Stahles identifiziert werden können /8.10/. Im betrachteten Bereich der Bruchfläche müssen vor dem Bruch durch die Korrosion Hohlräume entstanden sein. Am Klebstoff haftendes Eisen ist dann in Form von Korrosionsnadeln in den Hohlraum hineingewachsen.

Diese Untersuchungen im Mikrobereich stützen die bereits bei der makroskopischen Betrachtung der Bruchflächen im **Bild 8.12** gewonnene Erkenntnis, daß Korrosionsprodukte mit dem Klebstoff am Kunststofffügeteil anhaften, der Bruch also nicht am oder im Klebstoff erfolgt sein kann.

Die Korrosionsprodukte haften sehr fest am Klebstoff. Sie können nur durch Abkratzen mit einem scharfen Gegenstand vom Füge­teil entfernt werden.

Der Ablauf der Alterung soll noch anhand einer weiteren Bruchfläche diskutiert werden. Die REM-Aufnahmen wurden im Bereich der makroskopisch sichtbaren Veränderungen an den Oberflächen aufgenommen. **Bild 8.25** zeigt die Bruchfläche des Stahlteiles, **Bild 8.26** die des POM-Teiles; beide Bruchflächen lagen in der Klebverbindung vor dem Bruch in etwa aneinander. Von den Bruchflächen ist jeweils eine stärkere Vergrößerung und eine Übersichtsaufnahme abgebildet, um neben den Details auch die Ausdehnung der Strukturen zu zeigen.

Auf beiden Oberflächen ist eine Struktur aus flachen, miteinander verwachsenen Plättchen zu erkennen. Der Form nach handelt es sich um Oxidationsprodukte des Eisens, wie sie entstehen können, wenn ein Oxid in einen freien Raum wachsen kann /8.10/. Die Plättchen, die sich an der Oberfläche des POM-Teiles befinden, wurden mit Hilfe der energiedispersiven Analyse untersucht. Die Analyse ist auf dem POM-Teil durchgeführt worden, weil sich hier besser nachweisen läßt, ob die Plättchen Eisen enthalten. **Bild 8.27** zeigt den analysierten Bereich. Die Analyse ergab, daß die Plättchen eisenhaltig sind, **Bild 8.28**. Der starke Goldpeak kommt von der Bedampfung der Probe mit Gold, wie sie für die Rasterelektronenmikroskopie durchgeführt wurde. Die Analyse bestätigt den Befund, der auf Grund des Aussehens der Strukturen gestellt wurde.

Beim Betrachten der Plättchenstrukturen in **Bild 8.25 und 8.26** und besonders in **Bild 8.27** fällt auf, daß die Strukturen nicht zerstört worden sind, obwohl die Oberflächen der beiden Teile bei der Prüfung der Verbindung gewaltsam voneinander getrennt worden sind. Dies kann nur bedeuten, daß hier schon vor dem Bruch keine Verbindung mehr zwischen den beiden betrachteten Oberflächen vorhanden war. Es müssen hier während der Freibewitterung Hohlräume im Stahl entstanden sein, in die die Plättchen hineinwachsen konnten.

In beiden Bruchbildern sind neben den mit Plättchen besetzten Bereichen auch noch solche vorhanden, die sehr glatt sind. Hier



**Bild 8.25** Bruchfläche des  
Stahlteiles



**Bild 8.26** Bruchfläche des  
POM-Teiles

hat offensichtlich ein Adhäsionsbruch am Stahl stattgefunden und der Korrosionsvorgang hat noch nicht eingesetzt. Dieser Bruch kann auf dem Mikrokeileffekt beruhen.

Beim Mikrokeileffekt treten in kleinen Bereichen die gleichen Effekte wie beim Keiltest auf, d.h. infolge von mechanischer

Last und bei Anwesenheit von Wasser kommt es zu Adhäsionsbrüchen am Stahl. Die mechanische Belastung entsteht durch die Volumenvergrößerung des Eisens bei der Korrosion.

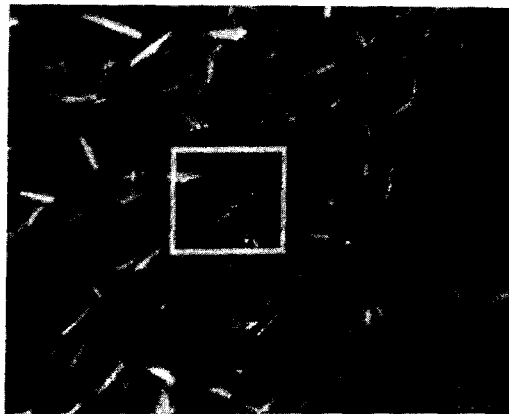


Bild 8.27 Bruchflächen eines POM-Teiles

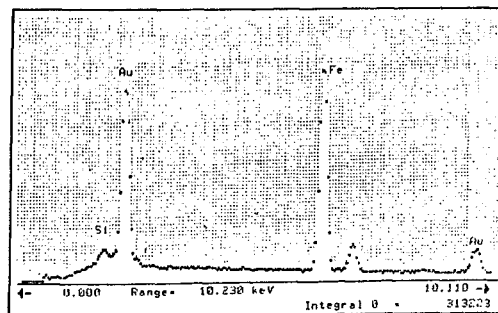


Bild 8.28 Analyse des in Bild 8.27 gezeigten Bereiches

Im Zusammenhang mit dem Korrosionsvorgang ist es von Interesse festzustellen, wieviel größer die Korrosionsprodukte gegenüber dem reinen Metall sind. Die Volumenvergrößerung ist im Vergleich zum reinen Metall errechnet worden.

Korrosionsprodukt	FeO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO(OH)	FeCO <sub>3</sub>
Veränderung in %	76	114	192	324

Korrosionsprodukt	α Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	γ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> *H <sub>2</sub> O(Böhmite)
Veränderung in %	28	49	99

**Tabelle 8.29** Volumenänderungen des Al und Fe durch Korrosion

Mit den Volumenänderungen des Eisens bei der Korrosion können die in **Bild 8.20** gezeigten Risse, die auch noch auf anderen Bruchflächen der Stahlteile gefunden wurden, erklärt werden.

Bei den Rissen handelt es sich um Schrumpfrisse, die bei der Korrosion des Eisens entstanden sind. An feuchter kohlendioxidhaltiger Luft oder in kohlendioxid- und lufthaltigem Wasser - was bei einer Freibewitterung vorausgesetzt werden kann - beginnt die Korrosion des Eisens mit der Bildung von Eisencarbonat FeCO<sub>3</sub> /8.11/. Das Eisen-Carbonat ist um 324 % größer als reines Eisen. In einem zweiten Schritt bildet sich das Carbonat durch Hydrolyse zu Eisen(III)oxidhydrat FeO(OH) um /8.11/. Dieses Oxid ist nur noch um 190 % größer als reines Eisen und somit wesentlich kleiner als das Eisencarbonat, so daß durch die Volumenverringerng Schrumpfrisse entstehen /8.20/.

Gleichzeitig mit den besprochenen Rissen können sich durch den Schrumpfprozeß Hohlräume unterhalb der Oberfläche im Stahlteil bilden, deren Deckschichten bei der Prüfung der Klebverbindung leicht abgerissen werden können. In diese Hohlräume können dann Korrosionskristalle hineinwachsen. **Bild 8.20** zeigt rechts oben derart abgedeckte Bereiche des Stahlteiles.

Ausgehend von den oben beschriebenen Bruchanalysen läßt sich folgern, daß bei den freibewitterten Stahl-POM-Klebverbindungen nicht der Adhäsionsbereich Stahl-Klebstoff, sondern das Stahlteil selbst der schwächste Bereich der Klebverbindung ist. Diese Aussage wird zusätzlich durch die Beobachtung gestützt, daß die Korrosionsprodukte sehr fest am Klebstoff haften. Die

Korrosion geht folglich im Eisen voran, ohne daß die Adhäsion zwischen dem Klebstoff und den obersten Bereichen des Stahlteiles vollständig aufgehoben wird. Dies läßt sich auch durch Bruchbilder des Stahlteiles bestätigen. So ist in **Bild 8.20** noch ein an der Oberfläche hängender Klebstoffrest zu sehen, in dessen Umgebung die Oberfläche schon sehr stark korrodiert ist.

Auf Grund der Bruchbilder der Klebverbindungen kann für die verwendeten Fügepartner auf folgenden Ablauf der Alterung infolge von Freibewitterung geschlossen werden:

- 1.) **Die Alterung ist mit einer Korrosion der Stahlteile verbunden.** An allen Proben, die sich sowohl in der Klebfestigkeit als auch im Bruchverhalten von einer ungealterten Probe unterschieden, war Korrosion an der Stahloberfläche vorhanden. Bei den Proben mit völlig korrodierter Klebfläche ist bereits außen an der Probe die Korrosion deutlich zu erkennen gewesen. Demgegenüber konnte an den Proben mit nicht geschädigter Klebfläche kein Korrosionsansatz festgestellt werden, der bis in die Klebfuge hineinreichte.
- 2.) **Der Alterungsprozeß geht vom Rand der Klebverbindung aus.** Diese Aussage stützt sich auf die Tatsache, daß bei allen Proben die korrodierten Bereiche des Stahlteiles mit dem Rand der Klebverbindung in Verbindung stehen. Korrodierte Bereiche, die als Inseln von intakter Stahloberfläche umgeben sind, konnten nicht festgestellt werden.
- 3.) **Die Korrosion beginnt als Fadenkorrosion.** Ausgehend von dem Korrosionsfaden kann sich die Korrosion nach allen Seiten als Spaltkorrosion weiter ausbreiten. Die Korrosion dürfte immer dann sehr schnell voranschreiten, wenn Wasser für das Belüftungselement der Fadenkorrosion vorhanden ist.
- 4.) **Angrenzend an den korrodierten Bereich des Stahlteiles befindet sich im allgemeinen ein Bereich, an dem Adhäsions-**

**brüche am Stahl eingetreten sind.** In diesem Bereich hat die Adhäsion zwischen dem Klebstoff und dem Stahl nachgelassen.

- 5.) **Während der Korrosion im Stahlteil kommt es zu Volumenänderungen in den korrodierten Stahlbereichen, wodurch im Mikrobereich der Adhäsionszone mechanische Spannungen entstehen.** Durch die korrosionsbedingte Volumenvergrößerung des Stahlteiles werden Stahlteil und Klebstoff auseinandergedrückt. Ist gleichzeitig noch Wasser vorhanden, was bei einer Freibewitterung der Fall ist, so liegen ähnliche Bedingungen vor wie beim Keiltest; es entsteht ein Mikrokeileffekt, der für die Adhäsionsbrüche am Stahl verantwortlich sein kann.
- 6.) **Die Korrosion der Stahlteile wird durch die Bedingungen in der Klebfuge gefördert.** Es wurde festgestellt, daß im Bereich der Klebfuge die Korrosion wesentlich schneller voranschreitet als unter dem Schutzanstrich und in Teilbereichen auch unter dem Klebwulst.

### 8.3 Diskussion der Alterungsversuche

Bei einem makroskopischen Vergleich der Bruchflächen der Stahlteile von Keiltestproben und von Freibewitterungsproben fällt das ähnliche Bruchverhalten auf. Bei beiden Proben befindet sich vor dem Bruch im Adhäsionsbereich Kunststoff-Klebstoff eine Zone, in der ein Adhäsionsbruch am Stahlteil eingetreten ist. Bei Untersuchungen /8.12/ zum Keiltest an Kunststoff-Stahl-Klebverbindungen, die bei 100 % Luftfeuchtigkeit durchgeführt wurden, konnten an den Keilproben ähnliche Korrosionsprodukte wie bei einer Freibewitterung festgestellt werden. Aus dieser Ähnlichkeit des Bruchverlaufes folgt, daß auch bei Kunststoff-Metall-Klebverbindungen mit Stahlteilen Rückschlüsse auf die Alterungsbeständigkeit dieser Verbindungen gezogen werden können. Damit wird das Rißwachstum bei Keilproben aus



Kunststoffen und Metallen zu einem Maß für die Alterungsbeständigkeit dieser Verbindungen, das jedoch im wesentlichen nur die Grenzflächenalterung erfaßt. Eine quantitative Zuordnung von Rißwachstum und Alterungsbeständigkeit muß jedoch noch gefunden werden.

Bei der Bruchflächenanalyse der zwei Jahre lang freibewitterten Proben wurde festgestellt, daß ein Zusammenhang zwischen der Korrosion und der Verminderung der Adhäsion am Stahlteil vorhanden ist. Ob auch ohne Korrosion die Adhäsion im Bereich Stahl-Klebstoff geschädigt wird, kann auf Grund der vorliegenden Ergebnisse nicht gesagt werden. Entweder tritt eine derartige Schädigung nicht auf, oder sie hat im Prüfzeitraum noch nicht die Ausmaße angenommen, die nötig sind, damit durch die Schädigung das Bruchverhalten der Verbindung verändert wird. Aus der verminderten Klebfestigkeit kann nicht auf eine Verringerung der Adhäsion am Stahlteil geschlossen werden, da eine Verminderung der Klebfestigkeit viele Ursachen haben kann.

Durch korrosionsbedingte Volumenänderungen im Stahlteil werden mechanische Spannungen im Adhäsionsbereich erzeugt werden. Die Volumenänderungen des Eisens durch Korrosion ist beträchtlich. Die durch die Volumenänderungen bedingten Spannungen erzeugen in der Verbindung einen Mikrokeileffekt. Es entstehen im Mikrobereich die gleichen Zustände, wie sie beim Keiltest vorliegen. Wenn jetzt noch Wasser oder Luft mit einem hohen Feuchtigkeitsanteil hinzutreten, kommt es zu adhäsionsvermindernden oder -zerstörenden Vorgängen. Da bei einer Freibewitterung immer mit der Anwesenheit von Wasser, bzw. hoher Luftfeuchte gerechnet werden muß, ist davon auszugehen, daß derartige Effekte auftreten.

Mit dem Mikrokeileffekt können einige Phänomene bei der Alterung der Klebverbindungen gut erklärt werden:

- 1.) Der Mikrokeileffekt führt wie beim Keiltest zu einer Verminderung der Adhäsion im Bereich Klebstoff-Stahl, so daß

bei der Prüfung der Verbindungen Adhäsionsbrüche am Stahl in den geschädigten Bereichen eintreten.

- 2.) Wird eine Klebverbindung unter Last gealtert, so addieren sich die Lastspannungen den Spannungen des Mikrokeileffektes hinzu. Die so erhöhten Spannungen führen dazu, daß Verbindungen unter Last schneller altern als unbelastete Verbindungen, wie es bereits festgestellt worden ist /8.2/.

Auf Grund dieser Überlegungen kann gefolgert werden, daß durch die Volumenänderungen der Metalle beim Korrosionsvorgang, Alterungsvorgänge angeregt oder verstärkt werden können. Dieser Vorgang ist für die Alterung jedoch nicht ursächlich, sondern er tritt nur dann auf, wenn die geklebten Fügeteile anfällig für Reaktionen mit Wasser sind, da die Schädigung im Adhäsionsbereich des Stahlteiles der Korrosion voranschreitet.

Die unterschiedlichen Korrosionsgeschwindigkeiten des Stahles in der Klebfuge und unter der Lackschicht können mit den unterschiedlichen Korrosionsbedingungen erklärt werden. Für den Ablauf des Korrosionsvorganges ist der Transport von Sauerstoff und Wasser im Spalt maßgeblich, da sowohl Wasser als auch Sauerstoff für ein Belüftungselement notwendig sind /8.8/. Die Transportbedingungen sind unter der Lackschicht andere als unter dem Klebwulst und in der Klebfuge. Diese unterschiedlichen Transportbedingungen führen zu den verschiedenen Korrosionsgeschwindigkeiten.

Weiterhin gilt, daß aus der Klebfuge wegen des dicken Kunststoffteiles, z. B. bei einer Erwärmung, das Wasser nicht so gut wieder heraustreten kann wie unter der Lackschicht. Demgegenüber erfolgt durch Kapillarwirkung ein schnelles Eindringen von Wasser in den Korrosionsspalt. Damit steht in der Klebfuge Wasser länger für Korrosionsvorgänge zur Verfügung. Dies trägt mit zum schnelleren Korrosionsfortschritt bei.

Mit den unterschiedlichen Korrosionsgeschwindigkeiten unter dem Lack bzw. in der Klebfuge läßt sich erklären, warum während des ersten Jahres der Freibewitterung die Klebfestigkeit nur wenig abgefallen ist, im zweiten Jahr jedoch viele Proben nur noch eine geringe Klebfestigkeit aufwiesen. Zunächst mußte die Korrosion langsam von außen in die Klebfuge wandern - geringe Korrosionsgeschwindigkeit, da unter dem Lack die Korrosion langsam voranschreitet. Wenn die Korrosion die Klebfuge erreicht hat, läuft sie sehr schnell weiter, und führt so, gegebenenfalls in Verbindung mit dem Mikrokeileffekt, zu Klebfestigkeitsverlusten.

Durch den Korrosionsvorgang sind sowohl im Stahlteil, **Bild 8.18**, als auch in der Grenzschicht Stahl-Epoxidharz, **Bild 8.16** und **Bild 8.17**, Hohlräume entstanden. In diese Hohlräume kann Wasser auf Grund von Kapillarwirkung sehr gut eindringen und steht für weitere Korrosionsschritte zur Verfügung.

Ein Mikrokeileffekt auf Grund der Volumenänderung durch Korrosion wurde auch an Aluminium-Klebverbindungen festgestellt. Er soll jedoch die Alterung in der Klebfuge nicht oder nur gering beeinflussen /8.13/. Vielmehr dürfte der dominierende Einfluß vom Klebstoff selbst ausgehen. Teile des Klebstoffes sollen in der Verbindung mit eindiffundiertem Wasser im wesentlichen für den Alterungsprozeß verantwortlich sein, wobei elektrochemische Vorgänge ebenfalls beteiligt sind. Die wissenschaftliche Diskussion über die Schadensmechanismen in den Aluminium-Klebverbindungen dauern jedoch noch an /8.13/.

Beim Vergleich der Korrosionsvorgänge im Aluminium und im Stahl muß berücksichtigt werden, daß beim Eisen das erste sich bildende Korrosionsprodukt, das  $\text{FeCO}_3$ , die stärkste Volumenänderung verursacht, **Tabelle 8.29**. Bei der Korrosion des Aluminiums in den Klebverbindungen treten nicht so große Volumenänderungen auf. Das Aluminium wird zu  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (Böhmit) umgewandelt /8.13/. Die maximale Volumenänderung beträgt hier 99%, **Tabelle 8.29**. Beim Vergleich der Größe der Korrosionsprodukte zeigt

sich, daß das Eisenkorrosionsprodukt etwa drei bis vier mal so groß ist wie das Aluminiumhydroxid. Damit kommt dem Mikrokeileffekt bei Klebverbindungen mit Eisen eine größere Bedeutung als bei solchen mit Aluminium zu.

Nach dem bisher Dargestellten ist für die Alterung der Klebverbindung in erster Linie das Metallteil verantwortlich. Es gibt jedoch auch noch andere Einflußfaktoren. So wurde bereits festgestellt, daß der Transport von Wasser und von Sauerstoff im Spalt die Korrosion des Stahlteiles bestimmen. Diese Transportbedingungen werden von dem Klebstoff und dem geklebten Kunststoff mit beeinflußt.

Dieser Einfluß wird durch Untersuchungen anderer Autoren bestätigt. Es haben sowohl der verwendete Klebstoff /8.14/ als auch der aufgeklebte Kunststoff /8.15/ Einfluß auf die Alterungsbeständigkeit der Klebverbindungen. Weiterhin muß berücksichtigt werden, daß durch unterschiedliche Umgebungsbedingungen die Alterungsbeständigkeit von Klebverbindungen verändert wird /8.16/. Auch die Umgebungseinflüsse wirken sich auf die Korrosionsbedingungen in der Klebfuge aus.

Weiterhin ist als sicher anzunehmen, daß analog zu den bei Aluminiumklebverbindungen bereits angesprochenen Vorgängen auch bei Kunststoff-Stahl-Klebverbindungen Teile des Klebstoffes selbst und in die Klebfuge eindiffundierte Substanzen, wie Wasser, am Alterungsprozeß teilnehmen. Bei den Überlegungen muß außerdem berücksichtigt werden, daß bei der Korrosion des Eisens Potentialunterschiede zwischen dem Eisen und den Korrosionsprodukten entstehen und dadurch Niederspannungsströme fließen, durch die die Korrosion des Eisens beschleunigt wird /8.17/.

Ein von seinem äußeren Erscheinungsbild her ähnlicher Alterungsmechanismus ist auch bei Aluminium-Klebverbindungen bekannt, die "bond-line-corrosion". Auch hier geht einer Korrosion des Aluminiums ein Adhäsionsbruch voran, auf den dann der

Bruch im Klebstoff folgt; die Korrosion verläuft ebenfalls im Grundwerkstoff /8.4/. Fadenkorrosion kommt auch beim Aluminium vor /8.18/. Folglich kann sowohl beim Aluminium als auch beim Stahl mit ähnlichen Vorgängen bei der Korrosion in der Klebfuge gerechnet werden.

Da bei den Freibewitterungsproben ein Zusammenhang zwischen Korrosion und Alterung festgestellt worden ist, bietet sich als Möglichkeit zur Verhinderung der Alterung der Klebverbindungen die Unterbindung der Korrosion in der Klebfuge an. Dazu muß die Klebfuge so geschützt werden, daß in der Fuge keine Korrosion entsteht. Ob mit dieser Maßnahme jegliche Alterung in der Klebfuge unterbunden wird oder ob nicht neben dem diskutierten Alterungsablauf noch andere Alterungsmechanismen berücksichtigt werden müssen, kann aufgrund der durchgeführten Versuche nicht gesagt werden.

Als weitere Möglichkeit zum Korrosionsschutz des Metallteiles bietet sich an, die Oberfläche des Stahlteiles gegen Korrosion zu schützen. Versuche mit phosphatierten Oberflächen führten zu einer erhöhten Alterungsbeständigkeit der Kunststoff-Metall-Klebverbindung /8.16/.

## 9 Zusammenfassung

Mit dem weiterhin steigenden Einsatz von Kunststoffen, besonders als Konstruktionswerkstoffe, werden in Zukunft Kunststoff-Metall-Verbindungen immer häufiger vorkommen. Für diese Verbindungen bietet sich die Klebtechnik an, da das Kleben die einzige stoffschlüssige Verbindung für diese Werkstoffkombination ist.

Von den derzeit eingesetzten Klebstoffen sind kaltaushärtende Zweikomponentenklebstoffe für Kunststoff-Metall-Klebverbindungen gut geeignet und universell einsetzbar. Mit diesen Klebstoffen wurden die untersuchten Klebverbindungen hergestellt. Dabei ergab sich, daß mit einem flexibleren PUR-Klebstoff die besseren Klebfestigkeiten erreicht wurden als mit dem spröderen Epoxidharz. Voraussetzung dafür ist allerdings, daß die Kohäsionsfestigkeit des PUR-Klebstoffes ausreichend hoch ist.

Bei der in Anlehnung an DIN 53 283 durchgeführten Prüfung der Verbindungen trat häufig ein Versagen im Kunststoffteil ein, wenn eine gute Adhäsion zwischen Kunststoff und Klebstoff vorhanden war. Der Bruch erfolgte bei einem Belastungsniveau, das zum Teil weit unterhalb der im Zugversuch ermittelten Festigkeit der Kunststoffe lag. Lediglich bei einem untersuchten PE-Typ übertrug die geklebte Probe die gleiche Last wie das Kunststoffteil. Der Festigkeitsverlust des Kunststoffteiles in der Klebverbindung ist um so größer, je höher die Bruchspannung des Kunststoffes ist. Bei der gegebenen Fügeteilgeometrie lag die Materialausnutzung von glasfaserverstärktem POM in einer Stahl-POM-Epoxidharz-Klebverbindung nur noch bei 33%.

Die Ursache für dieses Verhalten sind die örtlich erhöhten Spannungen im Kunststoffteil. Es hat sich weiterhin herausgestellt, daß Klebproben, die sich frei biegen können, höhere Kräfte übertragen als solche, bei denen die Biegung behindert wird. Die Spannungsverteilung und der Spannungszustand werden

durch Kerbwirkung und in sehr starkem Maße durch die Verformungsbehinderung des Kunststoffteiles beeinflußt. Als maßgeblicher Einfluß auf das Tragverhalten der Proben wurde für die gegebene Probengeometrie (abgesehen von einem PE-Typ) die Verformungsbehinderung des Kunststoffteiles ermittelt.

Bei schlecht klebgeeigneten Kunststoffen wie PP, PE und POM ist vor dem Kleben eine Vorbehandlung nötig, wenn gute Klebfestigkeiten erreicht werden sollen. Die Vorbehandlung führte bei POM zu einer starken Strukturierung der ursprünglich glatten Oberfläche. Bei PP, PE und PS traten keine oder nur geringe Veränderungen der Oberflächentopographie auf.

Die im Zugscherversuch ermittelte Klebfestigkeit erwies sich bei Untersuchungen zur Haftungsverbesserung von Kunststoffen durch Vorbehandeln als eine Größe, die nur beschränkt aussagefähig ist. Die Ursache hierfür liegt im Bruchverhalten der Kunststoffe. Wenn bei verlängerter Vorbehandlungsdauer unterschiedliche Bruchformen in der Verbindung vorkommen, heißt das, daß die Haftfestigkeit geändert ist, auch wenn die Klebfestigkeit konstante Werte ergibt.

Bei Vorbehandlungsverfahren, die bei POM zu einer Strukturierung der Oberfläche führen, konnte kein Zusammenhang zwischen dem Benetzungswinkel eines Wassertropfens und der Klebfestigkeit gefunden werden.

Die Klebflächenvorbehandlung im Niederdruckplasma ist in ihrer Wirksamkeit bei den untersuchten Kunststoffen einer Vorbehandlung mit Chromschwefelsäure ebenbürtig.

Die Klebfestigkeit wird auch durch eine Vorbehandlung des Metalls beeinflußt. So konnte durch das Beizen von Aluminium die Festigkeit der Verbindungen gesteigert werden, obwohl bereits bei nicht gebeiztem Aluminium Brüche im Kunststoffteil eintraten.

Bei Alterungsversuchen ergab sich, daß das System Stahl-Klebstoff alterungsanfälliger als das System Kunststoff-Klebstoff ist. Die Alterung an der Stahlseite trat in Verbindung mit Korrosion auf. Beim Keiltest war ein ähnliches Schadensbild wie bei den Freibewitterungsproben vorhanden. Es kann daher erwartet werden, daß der Keiltest als Kurzzeitalterungstest für Kunststoff-Metallklebverbindungen geeignet ist.



## Literaturverzeichnis

### Literatur zu Kapitel 1

- /1.1/      Schweiger, E.; Porn, H.:  
              Beitrag zur Wertanalyse in der Verbindungstechnik  
              ingenieur digest
- /1.2/      Menges, G.:  
              Prognosen für die Kunststoffindustrie  
              Swiss Plastics 3(1981)12
- /1.3/      Haldenwanger, Hans-Günther:  
              Energiesparen durch Kunststoffe im Kraftfahrzeug  
              Kunststoffberater (1981)12

### Literatur zu Kapitel 3

- /3.1/      Blümner, Hugo:  
              Technologie und Terminologie der Gewerbe und  
              Künste bei Griechen und Römern, Band 2  
              Leipzig 1879
- /3.2/      Brockmann, Walter:  
              Luftschiffe  
              Oldenburger Jahrbuch, 73(1973), Teil II, S.41-67
- /3.3/      DIN 1052  
              Holzbauwerke, Berechnung und Ausführung  
              Oktober 1969
- /3.4/      DIN 68 141  
              Holzverbindungen; Prüfen von Leimen und Leim-  
              verbindungen für tragende Holzbauteile; Güte-  
              bedingungen  
              Oktober 1969
- /3.5/      N.N.  
              DIN-Katalog für technische Regeln  
              Berlin 1984
- /3.6/      Hinterwaldner, R.  
              Vortrag in Rosenheim am 23.1.1985
- /3.7/      Beckert, Manfred:  
              Neues in der Schweißtechnik 1982  
              Schweißtechnik 33(1983)5, S.216
- /3.8/      Knabe, B:  
              Kleben im Karosseriebau  
              wt-Z. ind. Fertg. 71(1981) S.85-88
- /3.9/      Bischof, Claus; Possart, Wulff:  
              Adhäsion  
              Berlin 1983

- /3.10/ Sickfeld, J.; Hosp, E.:  
Haftfestigkeit von Anstrichen und ähnlichen Beschichtungen  
farbe + lack 85(1979)7, S.537-543
- /3.11/ Schliekelmann, R. J.:  
Entwicklungsaspekte der Klebtechnik bei hochbeanspruchten Klebverbindungen, dargestellt an Luft- und Raumfahrt  
Fachtagung Fertigungssystem Kleben an der Technischen Universität Berlin 1984, S.332-355
- /3.12/ N.N.  
Try structural adhesives to reduce cost of joining metals and plastics  
Mater. Engng. 78(1973)7, p.34-37
- /3.13/ Brockmann, Walter:  
Persönliche Mitteilung  
IFAM Bremen, Lesum
- /3.14/ Lucke, H.:  
Kunststoffe und ihre Verklebung  
Hamburg 1967
- /3.15/ Ludeck, Wolfgang:  
Tabellenbuch der Klebtechnik  
Leipzig 1982
- /3.16/ Menges, G.; Pütz, D.; Schulze-Kadelbach, R.; Renvert, P.:  
Ein Beitrag zum Aufbau der Fügezone und zum Versagensmechanismus von PVC Klebverbindungen unter Chemikalienbeanspruchung  
Kunststoffe 66(1978)8, S.487-492
- /3.17/ Brockmann, Walter:  
Das Kleben chemisch beständiger Kunststoff  
Adhäsion, 1978 H.2, S.38-44  
1978 H.3, S.80-86  
1978 H.4, S.100-103
- /3.18/ VDI-Richtlinie  
Kunststoffkleben  
VDI 3821, September 1978
- /3.19/ Menges, G.; Eilers, H.:  
Untersuchungen zum Kleben von Polyoxymethylen  
Maschinenmarkt, Sonderausgabe Oktober 1966  
S.531-541
- /3.20/ Schmidt, H.; Spankeren, U.:  
Polyacetale  
Kunststoff-Handbuch XI S. 15  
München 1971

- /3.21/ N.N.  
Firmenschrift, Hoechst Kunststoffe:  
Hostaform (5/1980)  
Hoechst Aktiengesellschaft  
Verkauf Kunststoffe,
- /3.22/ Carlowitz, Bodo:  
Kunststofftabellen für Typen Eigenschaften und  
Halbzeugabmessungen  
Bensberg 1973
- /3.23/ N.N.  
Firmenschrift, CIBA-GEIGY  
Konstruktionsklebstoffe  
Vorbehandlung metallischer und nichtmetallischer  
Werkstoffe für die Verklebung mit Araldit  
Publ.Nr. 37479/8/d
- /3.24/ Lerner, R.M.:  
Plasma Treatment of Delrin for Improves Adhesive  
Bonding  
Adhesive Age 1969, December, p.35-36
- /3.25/ Orth, Helmut :  
Galvanisieren von Polypropylen  
Gummi, Asbest, Kunststoffe 4(1971) S.351-354
- /3.26/ Cada, Oldrich; Smela, Nona:  
Die Verklebung von Polyolefinen  
Adhäsion 1974 H.7, S.198-205
- /3.27/ Hempel, D.:  
Verklebung von glasfaserverstärkten Plasten mit  
Metallen  
Plaste und Kautschuk 14(1967)12, S.914-922
- /3.28/ Naumann, Lutz:  
Beitrag zur Prüfmethodik von geklebten Metall-  
Thermoplast-Flachverbindungen  
Schweißtechnik 23(1973)11, S.500-503
- /3.29/ Latzusch, Otto:  
Untersuchungen zum Kleben von Plasten mit Metal-  
len  
ZIS-Mitteilungen 1973 H.7, S.821-825
- /3.30/ Latzusch, Otto:  
Plast/Metallklebverbindungen  
Schweißtechnik 26(1976) S.28-30
- /3.31/ Latzusch, Otto:  
Kleben von Plasten mit Metallen  
ZIS-Mitteilungen 1974 H.9, S.1125-1130

- /3.32/ Cada, Oldrich; Smela, Nona:  
Einige Erkenntnisse aus langfristigen Versuchen  
an Klebverbindungen von Kunststoffen mit Metallen.  
Adhäsion 1977 H.3 S.79-83
- /3.33/ Cada, Oldrich; Smela, Nona:  
Verklebung von Kunststoffen miteinander und mit  
Metallen  
Adhäsion 1981 H.3 S.162-167
- /3.34/ Harris, E.A.; Adams, R.D.:  
The analysis and strength prediction of CFRP-  
Steel bonded lap joints  
The international adhesion conference 1984,  
University of Nottingham
- /3.35/ Pesetski, S.S. u.a:  
A study of adhesive joints between aliphatic  
polyamids and metals  
Adhesive Joints, Plenum Press, 1984 New York
- /3.36/ Holzmann, G.; Meyer, H.; Schumpich, G.:  
Technische Mechanik Teil 3  
Stuttgart 1968
- /3.37/ N.N.  
Der Kunststoffmarkt in Westeuropa  
Kunststoffe 73(1983)9, S.462-492
- /3.38/ Weigel, Christoff:  
Abbildung der Gemein-Nützlichen Haupt-Stände  
von denen Regenten...bis auf alle Künstler und  
Handwerker  
Regensburg 1698  
Nachdruck Dortmund 1977
- /3.39/ Wu, Sonheng:  
Polymer Interface and Adhesion  
New York und Basel 1982
- /3.40/ N.N.  
The International Adhesion Conference 1984  
University of Nottingham 9/84
- /3.41/ Mittal, K.L.:  
Adhesive Joints  
New York und London, 1984
- /3.42/ Brockmann, Walter:  
Stoffschlüssige Verbindungen unter besonderer  
Berücksichtigung des Klebens-  
Einsatzbreite und Optimierungsmöglichkeiten  
VDI-Berichte Nr. 360, 1980 S.93-102

- /4.1/ DIN 1623 Teil 1  
Flacherzeugnisse aus Stahl; kaltgewalztes Band  
und Blech; Techn. Lieferbedingungen; weiche,  
unlegierte Stähle zum Kaltumformen  
Februar 1983
- /4.2/ N.N.  
Aluminium-Taschenbuch  
12. Auflage, Düsseldorf 1963
- /4.3./ Jaschinski, W.; Wolf, W.; König, U.; Hartwig, J.:  
Amorphe Metalle - Entwicklung einer neuen  
Werkstoffklasse  
Technische Mitteilung Krupp, Forschungsbericht  
Band 39(1981)1, S.1-12
- /4.4/ N.N.  
Kunststoffe Hoechst - Hostaform  
Firmenschrift der Hoechst AG, Frankfurt/M  
1980
- /4.5/ N.N.  
Anwendungstechnische Information Nr. E2  
Europlast Rohrwerk GmbH Oberhausen
- /4.6/ N.N.  
Kunststoffe Hoechst - Hostalen  
Firmenschrift der Hoechst AG, Frankfurt/M  
1980
- /4.7/ N.N.  
Kunststoffe Hoechst - Hostalen GUR  
Firmenschrift der Hoechst AG, Frankfurt/M  
1979
- /4.8/ N.N.  
Kunststoffe Hoechst - Hostalen PP  
Firmenschrift der Hoechst AG, Frankfurt/M  
1981
- /4.9/ N.N.  
Kunststoffe Hoechst - Hostyren N, Hostyren S,  
Hostyren XS  
Firmenschrift der Hoechst AG, Frankfurt/M  
1980
- /4.10/ N.N.  
Makrolon, Polycarbonat  
Firmenschrift der Bayer AG, Leverkusen  
1979

- /4.11/ Menges, G.; Putz, D.; Schulze-Kadelbach, R.; Renvert, P.:  
Ein Beitrag zum Aufbau der Fügezone und zum  
Versagensmechanismus von PVC Klebverbindungen  
unter Chemikalienbeanspruchung  
Kunststoffe 66(1978)8, S.487-492
- /4.12/ VDI-Richtlinie 3821  
Kunststoffkleben  
September 1978
- /4.13/ Cada, Oldrich; Smela, Nona:  
Einige Erkenntnisse aus langfristigen Versuchen  
an Klebverbindungen von Kunststoffen mit Metal-  
len  
Adhäsion 1977 H.3, S.79-83
- /4.14/ Cada, Oldrich; Smela, Nona:  
Verklebungen von Kunststoffen miteinander und  
mit Metallen  
Adhäsion 1981 H.3, S.162-167
- /4.15/ Lerßner, Heinrich von:  
Umweltbundesamt Berlin  
Pressegespräch auf der Surtec Berlin 1983  
Der Tagesspiegel, Berlin, 29.10.1983
- /4.16/ N.N.  
Rotamill - Aktivkohleanlagen  
Rotamill Maschinenbau GmbH, Siegen  
1971
- /4.17/ Eichhorn, F.; Reiner T.:  
Hochfeste Schmelzklebstoffe für Metallkleben  
Industrieanzeiger 103(1981)54, S.41-44
- /4.18/ Voithenberg, Hubertus von:  
Neue Entwicklungen auf dem Gebiet Lösungsmittel-  
freier Reaktionsklebstoffe  
6. Internationales Klebetechnik Seminar  
Rosenheim 1985
- /4.19/ N.N.  
Araldit AW 106, Härter HV 953 U  
Firmenschrift: CIBA-GEIGY
- /4.20/ Schliekelmann, R. J.:  
Metallkleben  
Konstruktion und Fertigung in der Praxis  
Düsseldorf 1972
- /4.21/ Brockmann, Walter:  
Das Kleben chemisch beständiger Kunststoffe  
Adhäsion 1978 H.2, S.38-44

- /4.22/ N.N.  
IBOLA R 101  
Firmenschrift der ISAR-RAKOLL-GmbH  
München (heute Firma Fuller)
- /4.23/ N.N.  
Tegocoll Klebstoff-Systeme  
vorläufiges technisches Merkblatt Tegocoll PUR,  
zweikomponentige Polyurethanklebstoffe  
Firmenschrift der Firma Goldschmidt, Essen
- /4.24/ N.N.  
Technische Information  
Metallon LA 2002; Metallon LA 5202  
Firmenschrift der Firma Henkel, Düsseldorf
- /4.25/ DIN 53 283  
Prüfung von Metallklebstoffen und Metallklebun-  
gen; Bestimmung der Klebfestigkeit von einschnit-  
tig überlappten Klebungen; Zugscherversuch  
09.1979
- /4.26/ DIN 53 282  
Prüfung von Metallklebstoffen und Metallklebun-  
gen; Winkelschälversuch  
09.1979
- /4.27/ DIN 53 289  
Prüfung von Metallklebstoffen und Metallklebun-  
gen; Rollenschälversuch  
09.1979
- /4.28/ DIN 53 288  
Prüfung von Metallklebstoffen und Metallklebun-  
gen; Zugversuch  
09.1979
- /4.29/ Aurich, Dietmar:  
Bruchvorgänge in metallischen Werkstoffen  
Werkstoffstechnische Verlagsgesellschaft  
Karlsruhe 1978
- /4.30/ Stier, Günter:  
Spannungsoptische Ermittlung von Spannungsver-  
teilungen an elastischen Zwischenschichten als  
Grundlage der festigkeitsmäßigen Berechnung von  
statisch zugbelasteten Metallklebeverbindungen  
Diss. TU Berlin, 1962
- /4.31/ Müller, Gerhard:  
Der Verformungs- und Bruchvorgang an Metallkleb-  
verbindungen verschiedener Werkstoffe bei ein-  
und mehrachsiger statischer Belastung  
Diss. TU Berlin, 1959

- /4.32/ Engasser, I.; Puck, A.:  
Zur Bestimmung der Grundfestigkeit von Klebverbindungen bei einfacher und zusammengesetzter Beanspruchung  
Kunststoffe 70(1980)7, S.423-429
- /4.33/ Engasser, I.; Puck, A.:  
Untersuchungen zum Bruchverhalten von Klebverbindungen  
Kunststoffe 70(1980)8, S.493-500
- /4.34/ DIN 53 281  
Prüfung von Metallklebstoffen und Metallklebungen; Proben; Klebflächenvorbehandlung  
09.1979
- /4.35/ N.N.  
Prüfung von Klebverbindungen mit dem Keil-Versuch  
WF-Information, Blatt 2, 2/1978
- /4.36/ N.N.  
Modifizierter Keilversuch zur Prüfung von Klebverbindungen  
WF-Information, Blatt 8, 2/1979
- /4.37/ Bethune, A.W.:  
Die Beständigkeit geklebter Aluminium-Konstruktionen  
Adhäsion 1976 H.12, S.341-352  
1977 H.1, S.25-28
- /4.38/ Saechtling, Hansjürgen:  
Kunststoff Taschenbuch  
22. Ausgabe  
München und Wien, 1983
- /4.39/ Matting, Alexander:  
Metallkleben  
Berlin, 1969
- /4.40/ Menges, G.; Eilers, H.:  
Untersuchungen zum Kleben von Polyoxymethylen  
Maschinenmarkt, Sonderausgabe Oktober 1966  
S.531-541
- /4.41/ Brockmann, Walter:  
Die Werkstoffoberfläche als Haftgrund  
Haus der Technik  
Vortragsveröffentlichungen Nr. 306 (1972)



**Literatur zu Kapitel 5**

- /5.1/     Otto, Günther:  
               Untersuchung der Spannungen, Verformungen und Beanspruchungsgrenzen von Kunststoffschicht und Füge­teil bei einschnittig überlappten Metall­klebverbindungen  
               Diss. RWTH Aachen, 1978
- /5.2/     N.N.  
               DIN 16920  
               Klebstoffverarbeitung  
               Juni 1981
- /5.3/     Dorn, L.; Rasche, M.; Bischoff, R.:  
               Fertigungssystem Kleben, Teilbericht: Systemati­sche Erfassung und Optimierung des Klebens von Kunststoffen und Metallen für die industrielle Produktion  
               Technische Universität Berlin, Fachgebiet Füge­technik/Schweißtechnik  
               Jahresabschlußbericht 1985
- /5.4/     Hahn, O; Wender, B.:  
               Beanspruchungsanalyse von geometrisch und werk­stoffmechanisch "unsymmetrischen" Metallklebver­bindungen mit der Finite-Elemente-Methode  
               Schweißen und Schneiden 37(1985)2, S.74-79
- /5.5/     Breuel, G.:  
               unveröffentlichter Bericht der TU Berlin,  
               Fachgebiet Fügetechnik/Schweißtechnik
- /5.6/     Müller, G.:  
               Der Verformungs- und Bruchvorgang an Metall­klebeverbindungen verschiedener Werkstoffe bei ein- und mehrachsiger statischer Belastung  
               Diss. TU Berlin, 1959
- /5.7/     Neuber, H.:  
               Kerbspannungslehre, 3.Auflage  
               Berlin 1985
- /5.8/     Thum, August; Federn, K.:  
               Spannungszustand und Bruchausbildung  
               Berlin 1939
- /5.9/     Thum, A.; Petersen, C.; Svenson, O.  
               Verformung, Spannung und Kerbwirkung  
               VDI-Verlag Düsseldorf 1960
- /5.10/    N.N. VDI-Richtlinie 2226  
               Empfehlung für die Festigkeitsberechnung metal­lischer Bauteile  
               Juli 1965

- /5.11/ Bergmann, Wolfgang:  
Werkstofftechnik Teil 1  
München 1984
- /5.12/ Köhler, G.; Rögnitz, H.:  
Maschinenteile Teil 1  
Stuttgart 1981
- /5.13/ Schreyer, Günther:  
Konstruieren mit Kunststoffen Teil 1  
München 1972
- /5.14/ Vieweg u. Braun:  
Kunststoff Handbuch, Bd. 1,  
München 1975
- /5.15/ Roloff, H.; Matek, W.:  
Maschinenelemente, 9. Auflage  
Braunschweig 1984
- /5.16/ Dorn, L., Rasche, M., Bell, G.:  
Kleben von Kunststoffen nach Vorbehandlung im  
Niederdruckplasma.  
Kunststoffe 73(1983)3, S.139-142
- /5.17/ Harris, J.A. und R.D. Adams:  
The analysis and strength prediction of CFRP-  
Steel bonded lap joints.  
The International Adhesive Conference 1984,  
University of Nottingham
- /5.18/ Käufer, H.:  
Arbeiten mit Kunststoffen  
Berlin 1978
- /5.19/ Dorn, L.; Rasche, M.; Bischof, R.:  
Fertigungssystem Kleben  
TU Berlin, Fachgebiet Fügetechnik Schweißtechnik  
Jahresabschlußbericht 1985
- /5.20/ Aurich, Dietmar:  
Bruchvorgänge in metallischen Werkstoffen  
Karlsruhe 1978
- /5.21/ Volkersen, Olaf:  
Schubkraftverteilung in Leim-, Niet- und Bol-  
zenverbindungen  
Hamburg 1953
- /5.22/ Brockmann, Walter:  
Untersuchungen von Adhäsionsvorgängen zwischen  
Kunststoffen und Metallen  
Adhäsion 1975 H.1, S.4-14

**Literatur zu Kapitel 6**

- /6.1/      Wuebcken, W.; Heise, B.  
Zusammenhang zwischen Kristallorientierung und  
technologischen Eigenschaften bei Spritzgußteilen  
Kunststoffe 68(1978)2, S.99-104
- /6.2/      Schliekelmann, R.J.:  
Metallkleben-Konstruktion und Fertigung in der  
Praxis  
Düsseldorf 1972
- /6.3/      Otto, G.:  
Spannungsverteilung in Metallklebverbindungen  
Berichte zur 2. Vortrags- und Diskussionsver-  
anstaltung am 20.März 1985, S.17-34  
Universität-Gesamthochschule-Paderborn
- /6.4/      DIN 54 451  
Zugscher-Versuch zur Ermittlung des Schub-  
spannungs-Gleitungs-Diagramms eines Kleb-  
stoffs in einer Klebung  
November 1978
- /6.5/      N.N.  
Araldit AW 106, Härter HV 953 U  
Firmenschrift, Ciba Geigy
- /6.6/      Volkersen, Olaf:  
Neuere Untersuchungen zur Theorie der Klebver-  
bindungen  
Jahrbuch der WGLR 1963, S.299-306
- /6.7/      Müller, Gerhard:  
Der Verformungs- und Bruchvorgang an Metall-  
klebverbindungen verschiedener Werkstoffe  
bei ein- und mehrachsiger statischer  
Belastung  
Diss. TU Berlin, 1959
- /6.8/      Hahn, O.; Wender, B.:  
Beanspruchungsanalyse von geometrisch und werk-  
stoffmechanisch "unsymmetrischen" Metallkleb-  
verbindungen mit der Finite-Element-Methode  
Schweißen und Schneiden 37(1985)2, S.74-79
- /6.9/      Böhme, Edith:  
Strukturuntersuchungen an Acetalhomopolymerisat  
und deren praktische Anwendung  
Kunststoffe 60(1970), S.273

## Literatur zu Kapitel 7

- /7.1/ Bischof, C., Possart, W.:  
 Adhäsion  
 Berlin 1983
- /7.2/ Matting, A.:  
 Metallkleben  
 Berlin 1969
- /7.3/ Kötting, G.:  
 Untersuchung der Klebschichtmorphologie  
 und der beanspruchungsabhängigen Deformations-  
 und Versagungsmechanismen in der Klebfuge von  
 Metallklebverbindungen.  
 Diss. Gesamthochschule Paderborn, 1984
- /7.4/ Hennemann, O.-D.:  
 Die Wirksamkeit von Anodisierungsprozessen auf die  
 Langzeitfestigkeit von Aluminiumklebungen  
 Adhäsion 1980 H.1, S.18-23
- /7.5/ Lucke, H.:  
 Kunststoffe und ihre Verklebung  
 Hamburg 1967
- /7.6/ Brockmann, W.:  
 Das Kleben chemisch beständiger Kunststoffe  
 Adhäsion 1978 H.1, S.38-44
- /7.7/ Potente, H.; Krüger, R.:  
 Bedeutung polarer und disperser Oberflächen-  
 spannungsanteile von Plastomeren und Beschich-  
 tungsstoffen für die Haftfestigkeit von Verbund-  
 systemen  
 Farbe+Lack 1978 H.2, S.72-75
- /7.8/ Michel, M.:  
 Kriterien zur Klebstoffauswahl  
 Fertigungssystem Kleben  
 Fachtagung an der TU Berlin, 1984, S.63-74
- /7.9/ Eilers, H.:  
 Die Ermittlung fertigungsgerechter Arbeits-  
 bedingungen für das Kleben von Kunststoffen  
 unter dem Einfluß von Temperatur und Alterung  
 Kunststoffe 1966 H.7, S.436-442  
 H.9, S.562-565  
 H.10, S.636-639  
 H.11, S.704-709  
 H.12, S.766-772  
 1967 H.1, S. 38- 44  
 H.2, S. 87- 91  
 H.3, S.164-174

- /7.10/ Künzer, F.-V.:  
Einfluß der Rauigkeit von Stahlober-  
flächen auf die Benetzung und Haftung beim  
Verbund mit Epoxikleber  
Diss. TU Berlin, 1979
- /7.11/ Krüger, R.:  
Haftungsbestimmende Einflußgrößen beim  
Lackieren und Kleben von Thermoplasten  
Diss. RWTH Aachen, 1980
- /7.12/ N.N.  
Taschenbuch der Chemie  
Frankfurt/M. 1974
- /7.13/ N.N.  
Verordnung über gefährliche Arbeitsstoffe  
Fassung vom 11.2.1982  
Heymanns Verlag, Köln
- /7.14/ Menges, G., Eilers, J.:  
Untersuchungen zum Kleben  
von Polyoxymethylen (POM)  
Maschinenmarkt, Sonderausgabe 1966, S.531-541
- /7.15/ Bischoff, R.:  
Untersuchungen über das Verbinden von  
Polyacetal (POM) mit anderen Werkstoffen durch  
Kleben mit verschiedenen Klebstoffen bei  
unterschiedlicher Oberflächenbehandlung des  
Polyacetals  
Diplomarbeit TU Berlin, 1981
- /7.16/ Palmer, R.P., u. Cobold, A.J.:  
Makromolekulare Chemie, 64(1964) S.174ff
- /7.17/ N.N.  
Du Pont-Verfahren  
nach Lucke, H.: Kunststoffe und ihre Verkle-  
bung, Hamburg 1967
- /7.18/ N.N.  
Vorbehandlung metallischer und nichtme-  
tallischer Werkstoffe für die Verklebung  
mit Araldit  
Ciba-Geigy GmbH, April 1979
- /7.19/ N.N.  
Werkstoffvorbehandlung  
Reaktions-Klebstoffe, Produktinformation der  
Beiersdorf AG, Hamburg

- /7.20/ N.N.  
Vorbehandlung von Metallen und Kunststoffen  
für die Verklebung mit WEVO-Spezialklebstoffen  
WEVO-Chemie GmbH + Co, Ostfildern-Kemnat
- /7.21/ N.N.  
Kunststoffkleben VDI 3821  
VDI-Richtlinien, September 1978
- /7.22/ Gernert, U.:  
Zentraleinheit Elektronenmikroskopie TU Berlin  
Persönliche Mitteilung
- /7.23/ Brockmann, W.; Roeder, E.:  
Stand des Klebens von Kunststoffen  
Schweißen+Schneiden 24(1972)2, S.58-60
- /7.24/ N.N.  
Kleber für Kunststoffe  
Adhäsion 1976 H.12, S.344-346
- /7.25/ Schmidt, H.; Spankeren, U.:  
Polyacetale  
Kunststoff-Handbuch XI S.15  
München 1971
- /7.26/ Cada, O.; Spasova, J.:  
Einige Erkenntnisse auf dem Gebiet der Vor-  
behandlung von zu verklebenden Polyolefinen  
Adhäsion 1978, H.12, S.392-395  
1979, H. 1, S. 18- 22
- /7.27/ Dorn, L., Rasche, M., Bell, G.:  
Kleben von Kunststoffen nach Vorbehandlung  
im Niederdruckplasma  
Kunststoffe 73(1983)3, S.139-142
- /7.28/ N.N.  
Physikhütte, Bd. 2  
Berlin 1971
- /7.29/ Straka, S.:  
Untersuchungen zur Klebflächenvorbehand-  
lung von Kunststoffen im Plasmaprozessor  
Diplomarbeit TU Berlin, 1981
- /7.30/ Gärtner, J.:  
Einfluß einer Niederdruckplasmavorbehandlung  
auf die Festigkeit von PE-Stahl-Klebverbindungen  
Studienarbeit TU Berlin, 1984

- /7.31/ Hansen, R.H. und Schonhorn, H.:  
A New Technique for Preparing Low Surface  
Energy Polymers for Adhesive Bonding  
Journal of Polymer Science, Polymer Letters,  
Vol.4 (1966), S. 203-209
- /7.32/ Hall, J.R., Westerdahl, C.A.L., Bodnar, M.J. u.  
D.W.Lewi:  
Effects of Activated Gas Plasma Treatment  
Time on Adhesive Bondability of Polymers.  
Journal of Applied Polymer Science, Vol.16  
(1972), S.1465-1477
- /7.33/ Kim, C.Y., Evans, J. und D.A.I. Goring:  
Corona-Inducted Autohesion of Polyethylene.  
Journal of Applied Polymer Science, Vol.15  
(1971), S.1365-1375
- /7.34/ van der Linden, R.:  
Die Corona-Vorbehandlung von PE-Folien  
Kunststoffe 69(1979)2, S.71-75
- /7.35/ Dorn, L., Bischoff, R., Rasche, M.:  
Klebflächenvorbehandlung im Niederdruckplasma  
Kunststoffberater 1984 H.7/8, S.22-26
- /7.36/ Dorn, L., Rasche, M., Bischoff, R.:  
Fertigungssystem Kleben, Jahresabschlußbericht  
Fachgebiet Fügetechnik/Schweißtechnik an der  
TU Berlin, März 1985
- /7.37/ Käufer, H.; Schmack, G.:  
Skelettstruktur, um Fügebereiche von Thermopla-  
sten klebfreundlich zu gestalten  
Vortrag auf der 32. Hauptversammlung der  
KOLLOID-Gesellschaft, Berlin 1985
- /7.38/ Zabach, U.; Förster, F.; Springer, J.:  
Analyse der Polymeroberfläche nach Anwendung  
von nassen Beizen mit radioaktiv markierten  
Komponenten  
Angewandte Makromolekulare Chemie 116(1983)41-49

#### Literatur zu Kapitel 8

- /8.1/ Althof, Walter:  
Die Diffusion des Wasserdampfes der feuchten  
Luft in die Klebschichten von Metallklebungen  
Forschungsbericht DFVLR-fb 79-06 1979
- /8.2/ N.N.  
Prüfung von Klebverbindungen mit dem Keil-  
versuch  
WF-Information, 2 /78 Blatt 2-4

- /8.3/      Pickardt, Joachim:  
             TU Berlin, Institut für Anorganische und Analy-  
             tische Chemie  
             Persönliche Mitteilung
- /8.4/      Hennemann, D.:  
             Die Adhäsion beim Metallkleben und deren  
             Alterung  
             2.Vortrags-und Diskussionsveranstaltung am  
             20.März 1985 Universität-Gesamthochschule  
             Paderborn
- /8.5/      Müller, Gerhard:  
             Der Verformungs- und Bruchvorgang an Metall-  
             klebeverbindungen verschiedener Werkstoffe bei  
             ein- und mehrachsiger statischer Belastung  
             Diss. TU Berlin, 1959
- /8.6/      Krieger, Raymond B.:  
             Untersuchung von strukturellen Klebstoffen unter  
             Dauerbelastung in aggressiver Umgebung  
             Adhäsion 1974 H.12, S.363-370
- /8.7/      Althof, W. und Schlothauer, H.:  
             Alterung von Metallklebverbindungen  
             Teil 1: Torsionsschwingungsversuche an Kleb-  
             stoffsubstanzen nach Klimaeinwirkungen  
             Deutsche Forschungs- und Versuchsanstalt für  
             Luft- und Raumfahrt E.V. Institut für Flug-  
             zeugbau, Abt. Kunststoffe Interner Bericht  
             IB 152-75/02 Braunschweig, am 24.2.75
- /8.8/      Tödt, Fritz:  
             Korrosion und Korrosionsschutz  
             Berlin 1961
- /8.9/      Kaesche, H.:  
             Die Korrosion der Metalle  
             Berlin 1979
- /8.10/     Jseke, Bernd:  
             Bundesanstalt für Materialprüfung Berlin  
             Abt. Korrosion und Metallschutz  
             Persönliche Mitteilung
- /8.11/     Hollemann-Wieberg  
             Lehrbuch der Anorganischen Chemie  
             Berlin 1976
- /8.12/     Arndt, Manfred:  
             Überprüfung der Eignung des Keiltests für den  
             Einsatz an Kunststoff-Metall-Klebverbindungen  
             Diplomarbeit TU Berlin, 1985



- /8.13/ Brockmann, Walter:  
Fraunhoferinstitut für angewandte Material-  
forschung, Bremen  
Persönliche Mitteilung
- /8.14/ Breuel, Gehard:  
unveröffentlichter interner Bericht, TU Berlin
- /8.15/ Brockmann, Walter:  
Schadensuntersuchungen an Klebverbindungen und  
ihre Lehren  
Fertigungssystem Kleben  
Fachtagung an der TU Berlin 1984, S. 280-297
- /8.16/ Rasche, M. und Breuel, G.:  
Festigkeitsverhalten von Kunststoff-Metall-  
Klebverbindungen  
Fertigungssystem Kleben  
Fachtagung an der TU Berlin 1984, S. 163-178
- /8.17/ Eisenkolb, Friedrich:  
Einführung in die Werkstoffkunde  
Berlin 1957
- /8.18/ N.N.  
Aluminium-Taschenbuch 12. Auflage  
Düsseldorf 1963
- /8.19/ Dorn, L., Rasche, M. und Bischoff, R.:  
Jahresabschlußbericht 1984  
Forschungsvorhaben Fertigungssystem Kleben  
TU Berlin
- /8.20/ Feller, Heinz-Gerhard:  
TU Berlin, Oberflächentechnik und Metallkunde  
Persönliche Mitteilung